MIUSE 三重大学 Mie University Scholarly E-collections
学術機関リポジトリ 研究教育成果コレクション

Master's Thesis / 修士論文

金属の単軸圧縮加工による超平滑面創成

山口, 勝矢

三重大学, 2007.
三重大学大学院工学研究科博士前期課程物理工学専攻

http://hdl.handle.net/10076/9479

平成 19 年度　修士論文

金属の単軸圧縮加工による超平滑面創成

指導教員　松井　正仁　　准教授

三重大学大学院　工学研究科　博士前期課程
物理工学専攻　ナノプロセッシング研究室

山口　勝矢

三重大学大学院　工学研究科

記号

A：面積測度を持つ物理量
A_A：試験片の見かけ上の接触面積
A_P：剥離領域の総面積
A_S：試験片の面積
A_Z：零点集合要素面積
A_k：複素フーリエ係数の実部
B_k：複素フーリエ係数の虚部
D_Z：零点集合法によるフラクタル次元
D_{PS}：パワースペクトル法によるフラクタル次元
L：長さ測度を持つ物理量
L_Z：零点集合要素周囲長
L_S：相対すべり量
N：離散信号のデータ数
P_{MAX}：最終荷重
p_{mean}：平均面圧
R_Z：最大高さ粗さ
R_{Ze}：AFM 断面曲線における最大と最小の差（最大高さ粗さ相当値）
SR：走査範囲
S_P：パワースペクトル密度
V：体積測度を持つ物理量
X：D 次元測度を持つ物理量
X_k：複素フーリエ係数
e_c：圧縮率
t_0：試験片初期板厚
t：試験片板厚
x_n：離散記号
α：ゼロ点集合次元の近似直線の勾配
β：パワースペクトル次元の近似直線の勾配
γ：剥離面積率
δ：ゼロ点集合次元の相対カット量
λ：波長
μ：摩擦係数

目次

第1章　緒論 ・・・・・・ 1

1.1　本研究の背景 ・・・・・・ 1

1.2　これまでの研究経過と本研究の概要 ・・・・・・ 1

1.3　本論文の構成 ・・・・・・ 2

第2章　実験方法 ・・・・・・ 3

2.1　供試材と試験片 ・・・・・・ 3

2.2　圧縮試験工具の製作 ・・・・・・ 5

2.3　圧縮試験 ・・・・・・ 11

2.3.1　圧縮試験工具の表面処理 ・・・・・・ 11

2.3.2　圧縮試験装置 ・・・・・・ 11

2.3.3　圧縮試験条件 ・・・・・・ 13

2.3.4　圧縮試験手順 ・・・・・・ 13

2.4　触針式表面粗さ計による評価方法 ・・・・・・ 14

2.5　原子間力顕微鏡(AFM)による観察方法 ・・・・・・ 16

2.5.1　装置と原理 ・・・・・・ 16

2.5.2　観察の手順と条件 ・・・・・・ 19

2.6　工具表面のカーボン蒸着膜剥離面積率の測定 ・・・・・・ 20

2.7　有限要素法(FEM)解析 ・・・・・・ 21

2.7.1　解析モデルと条件 ・・・・・・ 21

2.7.2　摩擦係数μの決定方法 ・・・・・・ 22

2.7.3　相対すべり量L_Sと工具接触面圧pの計算 ・・・・・・ 23

第3章　カーボン蒸着工具を用いた圧縮加工による平滑化挙動 ・・・・・・ 24

3.1　圧縮試験による試験片の変形抵抗曲線の測定 ・・・・・・ 24

3.2　アルミニウム焼なまし材(A1050-O)の圧縮加工による平滑化挙動 ・・ 24

3.2.1　圧縮率と表面粗さの関係 ・・・・・・ 24

3.2.2　原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価 ・・・・・・ 27

3.2.3　有限要素法(FEM)解析結果 ・・・・・・ 30

3.3 アルミニウム引抜き材(A1050-H)の圧縮加工による平滑化挙動・・・ 33
3.3.1 圧縮率と表面粗さの関係・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 33
3.3.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価・・・・・・・・・ 35
3.3.3 有限要素法(FEM)解析結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 37
3.4 材料の違いによる比較・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・39
3.5 本章のまとめ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・42

第4章 菜種油を用いた圧縮加工による平滑化挙動・・・・・・・・・・・43
4.1 アルミニウム焼なまし材(A1050-O)の圧縮加工による平滑化挙動・・ 43
4.1.1 圧縮率と表面粗さの関係・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・43
4.1.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価・・・・・・・・・ 44
4.1.3 有限要素法(FEM)解析結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 49
4.2 アルミニウム引抜き材(A1050-H)の圧縮加工による平滑化挙動・・・ 53
4.2.1 圧縮率と表面粗さの関係・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 53
4.2.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価・・・・・・・・・ 54
4.2.3 有限要素法(FEM)解析結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 57
4.3 材料の違いによる比較・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・59
4.4 工具表面処理の違いによる比較・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 60
4.5 本章のまとめ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 61

第5章 加工品表面のフラクタル解析・・・・・・・・・・・・・・・・・62
5.1 フラクタルの説明・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・62
5.2 フラクタル次元の決定法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・63
5.2.1 零点集合次元・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・64
5.2.2 パワースペクトル次元・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・65
5.3 AFM システムにおけるフラクタル次元の測定法・・・・・・・・・・ 67
5.3.1 零点集合次元 D_Z の測定法・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 67
5.3.2 パワースペクトル次元 D_{PS} の測定法・・・・・・・・・・・・・71
5.4 零点集合次元 D_Z による加工品表面の解析結果・・・・・・・・・・ 72
5.5 パワースペクトル次元 D_{PS} による加工品表面の解析結果・・・・・・78
5.6 本章のまとめ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・87

東京大学大学院 工学研究科

第 6 章　結論 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ **88**

謝辞 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 90

参考文献 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 91

第1章　緒論

1.1　本研究の背景

近年，ナノテクノロジーという言葉は広く一般に定着しつつあり，工業や医療など幅広い分野での応用がなされている．そして，今や特に素材，医薬品，ITなどといったところからナノテクというキャッチコピーを付けた製品が多く世に出回るようになってきた．それに伴って，機械部品や半導体回路に代表される工業製品においても微小化・高精度化が益々進展しており，それらの現場においてナノメートルオーダーでの加工を行うための高精度かつ高品位な超平滑面の需要が高まっている．現在，ナノメートルオーダーでの微細な加工を行うための手法としてはリソグラフィが一般的ではあるが，加工を行う素材が主に高分子材料やガラスに限られており，今日の機械部品の材料として一般的に用いられている金属を素材とした微細加工の研究はまだ十分ではない．

金属の加工法には鋳造，溶接，切削加工，塑性加工などがあるが中でも塑性加工は，切屑を出さないので歩留まりが良い，型を使用して材料を高速で変形させるので生産性が高い，加工することによって材料の材質が改善される，製品の形状が均一であり寸法精度も良い等といった利点があり，素材から最終製品の製造に至るまでの広範囲にわたって極めて重要な役割を果たしている．塑性加工には，圧延，押出し，引抜き，鍛造，転造，板金加工があり，塑性加工を用いた平滑化では池[(1)]のトライボロジーと微細表面形状の加工との関連に関する研究，大澤[(2)]らの中実の引抜き加工においてダイス形状が引抜き材表面粗さの改善に与える影響の検討，王ら[(3)]のしごき加工による平滑表面形成の最適条件・形成機構および平滑化の限界の基礎的な研究，政[(4)]らの硬質膜がアルミニウム凝着層の形成や押出形材の表面粗さに与える影響とその硬質膜の耐磨耗性についての検討等がされている．また，その他の加工法における金属表面の平滑化に関する研究は，岩本ら[(5)]の単結晶ダイヤモンドバイトを用いた軟質金属の超精密切削加工による加工面の鏡面仕上げの研究等がされている．しかし，ナノスケールまで立ち入った研究は未だ少ない．そこで，金属を素材とした塑性加工を用いて微細な機械部品や超平滑面を製作することが出来れば，コストの削減や生産速度の向上などで生産性を改善することができ，今後の工業の発展に大いに役立つものと思われる．

1.2　これまでの研究経過と本研究の概要

これまで本研究室では，ナノスケールでの金属の塑性加工技術を開発することを目指し，服部[(6)]は塑性変形によって創成される鍛造品のナノ表面特性についての研究を行った．大野[(7)]は創成される試験片表面の最大高さ粗さR_zにも影響を与える工具表面の仕上げ方法の改善を行い，より平滑な表面を持つ工具を製作し，アルミニウムおよび無酸素銅の単軸圧縮加工によって工具表面に近い平滑度の表面を持つ試験片の創成を行った．また，創成された試験片の平滑度についての調査，フラクタルの理論を用いた工具および試験片表面の凹凸形状の評価，コンピュータシミュレーションによる表面の凹凸形状の再現等も行った．井川[(8)]は無酸素銅における相対すべり量と平滑化の検討，および丹銅の圧縮加工における平滑化現象の検討を行った．戸田[(9)]はアルミニウム焼なまし材試験片において圧縮率30%までの実験を行い，工具表面とほぼ同等の平滑度の試験片を創成し，圧縮率が大きくなるに従って平滑化が進むという結果を得た．そして，試験片表面の粗さによる評価，工具と

試験片間の相対すべり量と平滑度の関係の検討，フラクタル次元を求めることによる複雑さという観点からの表面の凹凸形状の評価を行った．

そこで，本研究ではこれまで用いてきたカーボン蒸着を施した工具を用いて，アルミニウム焼なまし材試験片において圧縮率を30%より大きくすることによって更なる平滑化を試みた．また，カーボン蒸着を施した工具を用いた際には条件によってカーボン蒸着膜の剥離が起き，工具と試験片間の金属接触が生じて表面が荒れることから，工具表面に液体潤滑剤として菜種油を塗布した工具を用いた圧縮加工も行い，超平滑面の創成挙動の検討を行った．実験結果の検討では，圧縮前後の試験片表面の最大高さ粗さ R_Z と原子間力顕微鏡(AFM)での観察結果より粗さの観点からの評価を行い，有限要素法(FEM)解析を用いて工具と材料間の相対すべり量を求め，相対すべり量と平滑度の関係の検討を行った．また，試験片表面の凹凸形状を複雑さという観点から評価することで超平滑面の創成挙動を検討するために，試験片表面のフラクタル解析も行った．

1.3 本論文の構成

まず，第2章では本研究で用いた試験片，圧縮試験方法および各評価方法について示す．次に，第3章ではカーボン蒸着工具を用いた圧縮加工による平滑化挙動，第4章では菜種油を用いた圧縮加工による平滑化挙動をそれぞれ粗さという観点から評価した結果を示す．また，第5章では加工品表面のフラクタル解析を行い，表面の凹凸形状を複雑さという観点から評価した結果を示す．最後に第6章で結論を示す．

東京大学大学院　工学研究科

第 2 章　実験方法

本研究では，アルミニウム引抜き材およびアルミニウム焼なまし材の円板試験片を用いた圧縮試験を行い，圧縮試験前後の試験片表面を触針式表面粗さ計および原子間力顕微鏡(AFM)で測定して評価を行った．そして，有限要素法(FEM)解析を用いて超平滑面創成挙動に影響を及ぼす因子の一つである材料流動量の違いによる平滑化への影響を調査した．本章では，圧縮試験および各評価方法の具体的手順についての詳細を示す．

2.1　供試材と試験片

本実験では供試材としてアルミニウム引抜き材(A1050BD-H14)を用いた．Table 2.1 に化学成分を示す．

アルミニウム引抜き材試験片は直径 15mm の棒材より，直径 7mm，高さ 10mm の円筒を旋削し，マイクロソー(笠井商工株式会社製，RCA-005)を用いて板厚が 1mm になるように切断し，#1500 のサンドペーパーと粒径 3μm のアルミナを砥粒としたナイロンバフで圧縮表面を研磨して板厚を 0.8mm にして試験片とした．Fig. 2.1 に試験片の寸法を示す．

また，アルミニウム引抜き材試験片に焼なまし処理を施したものをアルミニウム焼なまし材試験片とした．焼なまし処理は，アルミニウム引抜き材試験片をアルミホイルで包み，カンタル坩堝炉(東海高熱工業株式会社製)を用いて 360℃以上に保温した状態で 1 時間加熱し，その後室温で冷却した．以後，焼なまし前の試験片をアルミニウム引抜き材試験片(A1050-H)，焼なまし後の試験片をアルミニウム焼なまし材試験片(A1050-O)とする．

試験片の圧縮表面の最大高さ粗さ R_Z は 0.4μm とした．Fig. 2.2 にアルミニウム引抜き材試験片の初期表面の AFM 像の例を示す．Fig. 2.3 にアルミニウム焼なまし材試験片の初期表面の AFM 像の例を示す．

Table 2.1　アルミニウム引抜き材(A1050BD-H14)の化学成分

Material	Cu / %	Si / %	Fe / %	Mn / %	Mg / %	Zn / %	Cr / %	Ti / %	Al / %
A1050-BD	0.01	0.09	0.12	0.00	0.00	0.01	0.01	0.02	99.74

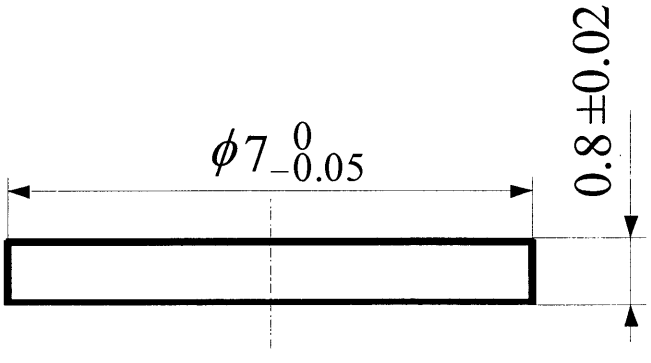
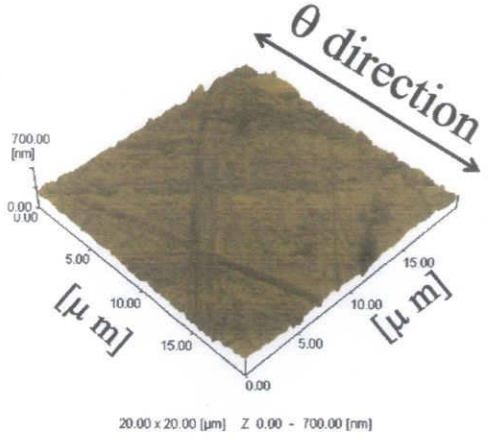
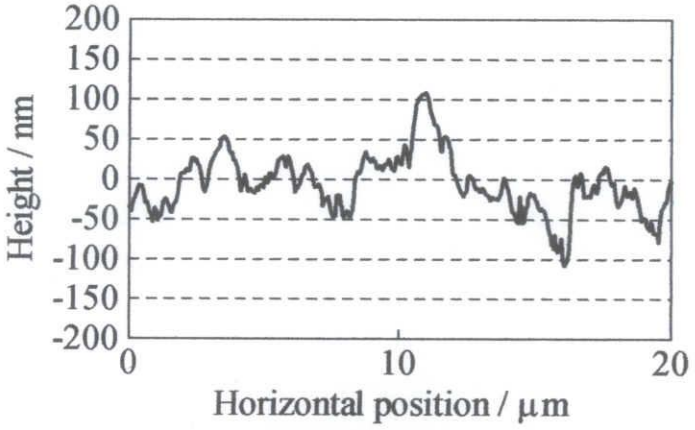


Fig. 2.1　試験片の寸法

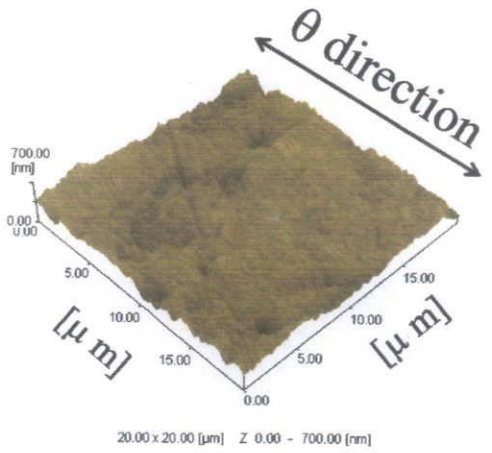


(a)3 次元像

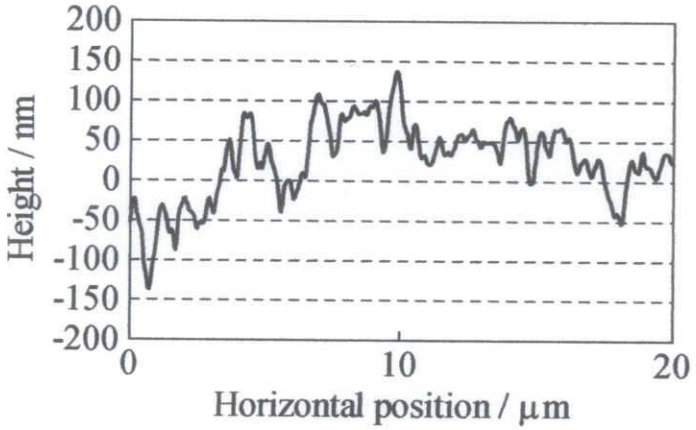


(b)断面曲線

Fig. 2.2　試験片初期表面の AFM 像の例
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=0%，SR=20μm)



(a)3 次元像

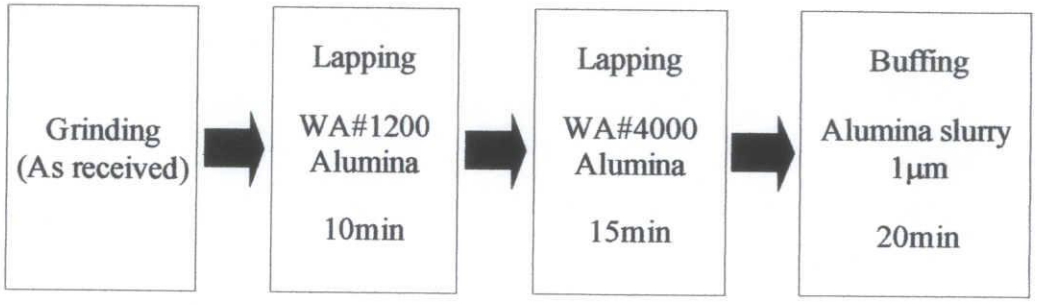


(b)断面曲線

Fig. 2.3　試験片初期表面の AFM 像の例
(アルミニウム焼なまし材試験片，e_c=0%，SR=20μm)

2.2　圧縮試験工具の製作

Fig. 2.4 に圧縮試験に用いた工具の製作手順と各工程終了後の圧縮部表面の最大高さ粗さ R_Z の目安を示す.

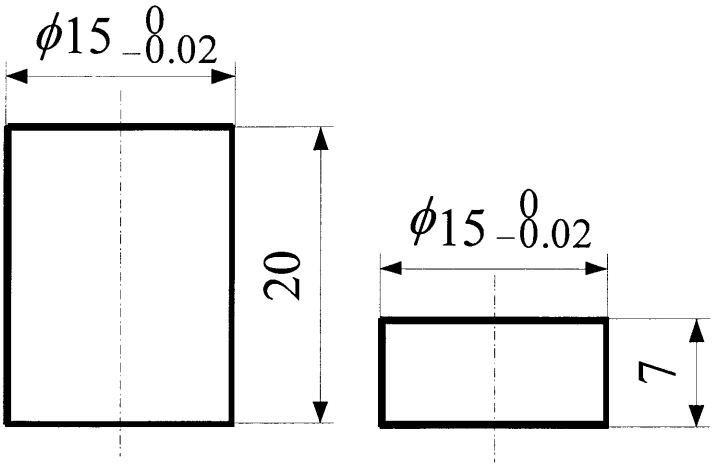


R_Z=0.95μm　(1)　　R_Z=0.50μm　(2)　　R_Z=0.10μm　(3)　　$R_Z \fallingdotseq$ 0.01μm　(4)

Fig. 2.4　圧縮試験工具の製作手順

Fig. 2.4 に示した(1)～(4)の各工程についての詳細を以下に示す.

(1)研磨前：工具の製作はオネストン株式会社に依頼した. Fig. 2.5 に工具の寸法を示す. 工具は SKD11 鋼, 焼き入れ硬さ HRC60～62 であり, 納入時は表面に研削を施した状態であった. このときの工具表面の最大高さ粗さは R_Z=0.95μm である.



(a)上工具　　(b)下工具

Fig. 2.5　工具の寸法

(2)ラッピング(WA#1200)：WA#1200 のアルミナ砥粒を用いてラップ加工を行う. エタノールで脱脂した WA#1200 用の定盤の上に研磨砥粒である WA#1200 のアルミナ(株式会社フジミインコーポレーテッド製)と研磨液である洗油を 1 対 20 程度の割合で供給し, 指でよく混ぜ薄く伸ばして均一に広げる. その後, エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 10 分程度研磨する. このとき, 工具表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる. また, 工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので, 定盤上にほこり等が付かないように注意する. 研磨後は工具をエタノールで脱脂し, 触針式表面粗さ計(TAYLOR-HOBSON 製　Talysurf 10)で測定を行い, R_Z=0.50μm 以下になっていることを確認する.

(3)ラッピング(WA#4000)：WA#4000 のアルミナ砥粒を用いてラップ加工を行う. エタノールで脱脂した WA#4000 用の定盤の上に研磨砥粒である WA#4000 のアルミナ(株式会社フジミインコーポレーテッド製)をごく少量のせ, 研磨液であるスピンドル油を指先につけてからそれぞれを指で均一になるようによく混ぜて薄く広げる. ここで, アルミナ砥粒とスピンドル油は 1 対 20 程度の割合とする. その後, エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 5 分程度研磨する. 定盤上のスピンドル油の油膜が薄くなると, 工具表面と定盤が直接接触して工具表面に傷ができる原因になるので, 新たにスピンドル油を少量付け足して面積が 3 倍程度になるように薄く伸ばしてから再び 5～10 分間研磨を行う. このとき, 工具表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる. また, 工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので, 定盤上にほこり等が付かないように注意する. 研磨後は工具をエタノールで脱脂し, 表面粗さ計で R_Z=0.10μm 以下になっていることを確認する.

(4)バフ研磨：Fig. 2.6 にバフ研磨の作業手順を示す．研磨剤として砥粒径 1μm のアルミナスラリー(株式会社マルトー製)を使用し，バフ研磨を行った．高さ 7mm の下工具と高さ 20mm の上工具をそれぞれ Fig. 2.7 に示すように治具に取り付け，傾かないように上からも治具で押さえてねじで固定する．それを Fig. 2.8 のようにホルダの 3 箇所に取り付ける．取り付ける際には一度に 1 箇所の工具のねじを締めるのではなく，3 箇所を少しずつ締めていく．また，1 つの工具を上下 2 箇所のねじで固定するが，上のねじを固く締め，下のねじの締め方で工具の傾きを調整すると良い．ただし，締め方がゆる過ぎると研磨中に工具がはずれてしまうことがあるので注意する．ねじで 3 つの工具を固定した後，Fig. 2.9 のようにプレートを逆さまにしてその上にホルダを置き，真横から目視することで，3 つの工具の表面が傾いて接していないか確認する．次に，ドクターラップ(MARUTO 製，ML-180)のシート(KULZER 製，MM431)に精製水をかけ，研磨剤のアルミナスラリーと精製水を 1 対 5 の割合で混ぜたものを少量シートにかける．シートの上にホルダを静かに置き，スピードの設定を 20 にしてドクターラップのスイッチを入れる．3 つの工具が水平に接着していれば，ホルダはゆっくり滑らかに回転する．このとき，ホルダを支える金具の角度を 5° 程度傾けるとより滑らかに回転することが分かったので，Fig. 2.10 に示すように金具の角度を傾けるための器具を新たに設置して研磨方法の改良を行った．回転して 3 分程したら精製水をかけ，5 分後に再び研磨剤をかけてから 2，3 分おきに精製水を足して 15 分研磨する．その後，目視によって表面の研磨状態を確認し，研磨が必要な場合は 2，3 分毎に表面の状態を確認しながら引き続き研磨を行う．研磨が終わったら工具表面を精製水で洗浄して工具表面をエタノールで脱脂し，表面全体が均一に研磨されている工具のみを表面粗さ計で計り，$R_Z \fallingdotseq 0.01\mu m$ となっていれば完成である．ただし，高さ 7mm の下工具については，表面粗さ計で計測した後に原子間力顕微鏡(AFM)でも測定し，$R_{Ze} \fallingdotseq 0.01\mu m$ となっていることを確認する．また，ドクターラップは使い終わったら精製水で研磨剤を洗い流して蓋をしておく．

研磨後の工具の外観を Fig. 2.11 に，表面の AFM 像を Fig. 2.12 に，表面の AFM 像から得た断面曲線を Fig. 2.13 に示す．

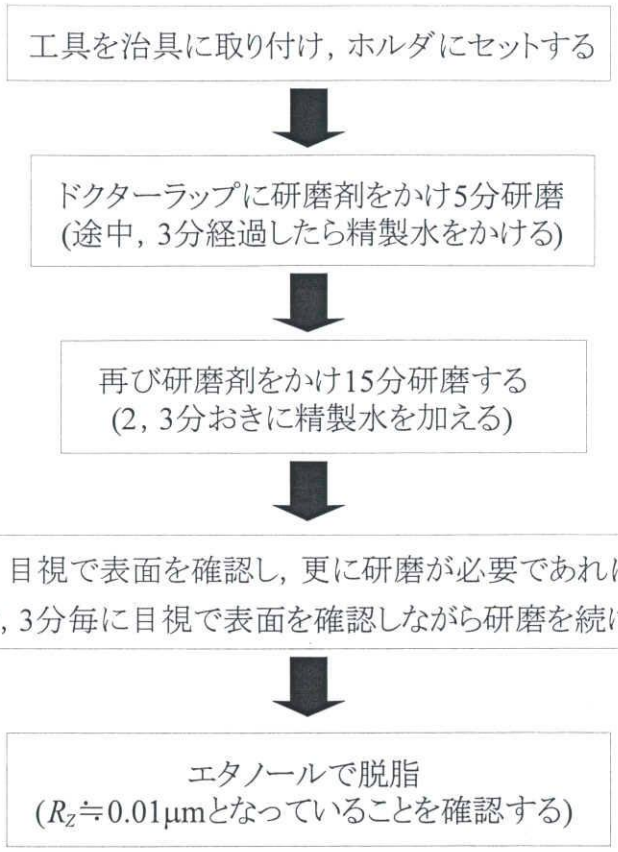
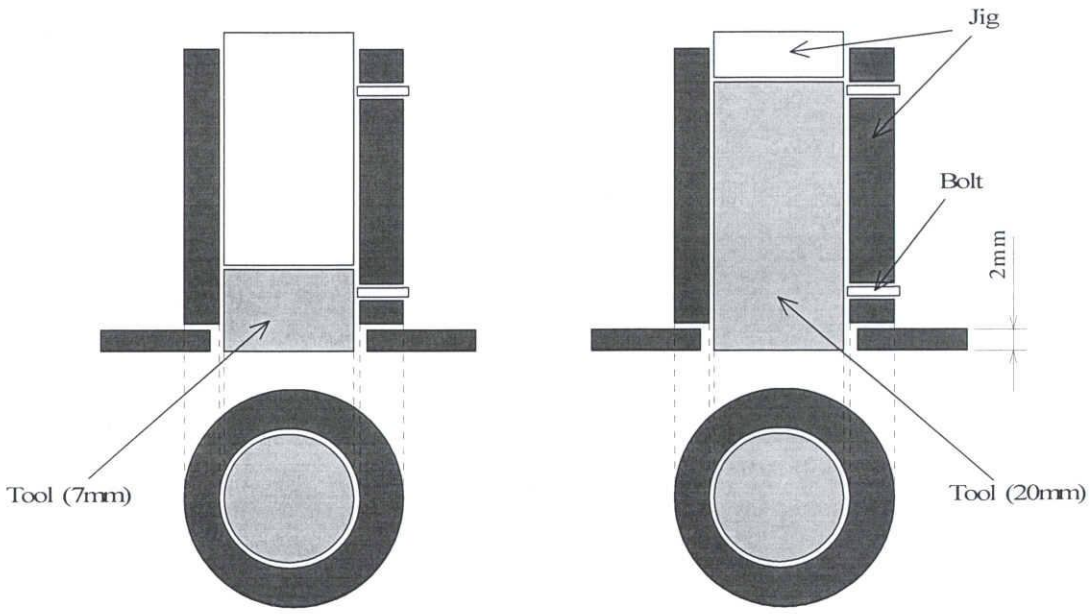


Fig. 2.6　バフ研磨の作業手順



(a) 下工具(高さ 7mm)　　(b) 上工具(高さ 20mm)

Fig. 2.7　治具への工具の取付方法

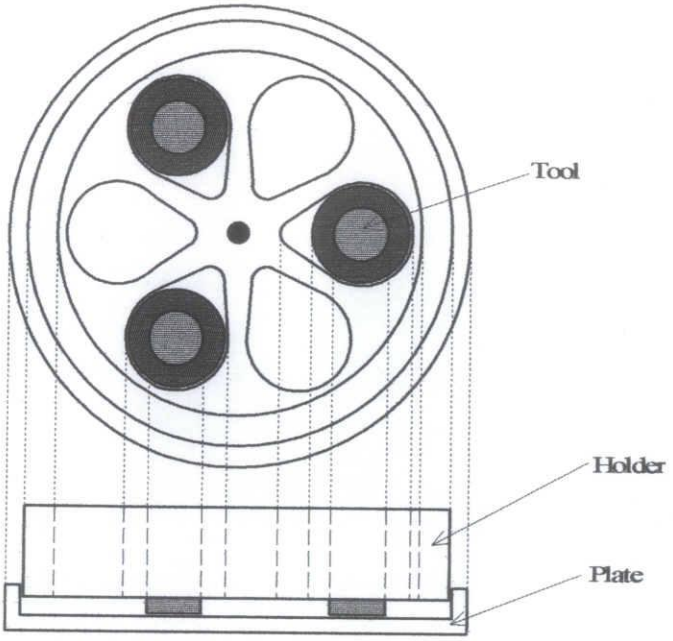


Fig. 2.8　工具のホルダへの設置方法

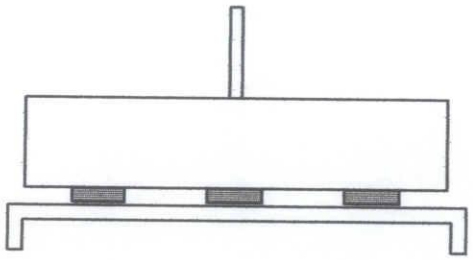


Fig. 2.9　目視の方法

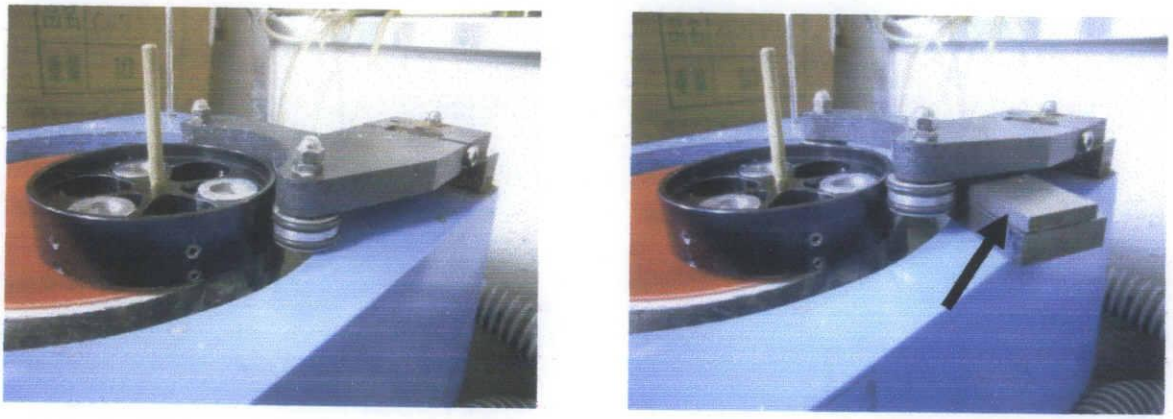


Fig. 2.10　バフ研磨方法の改良

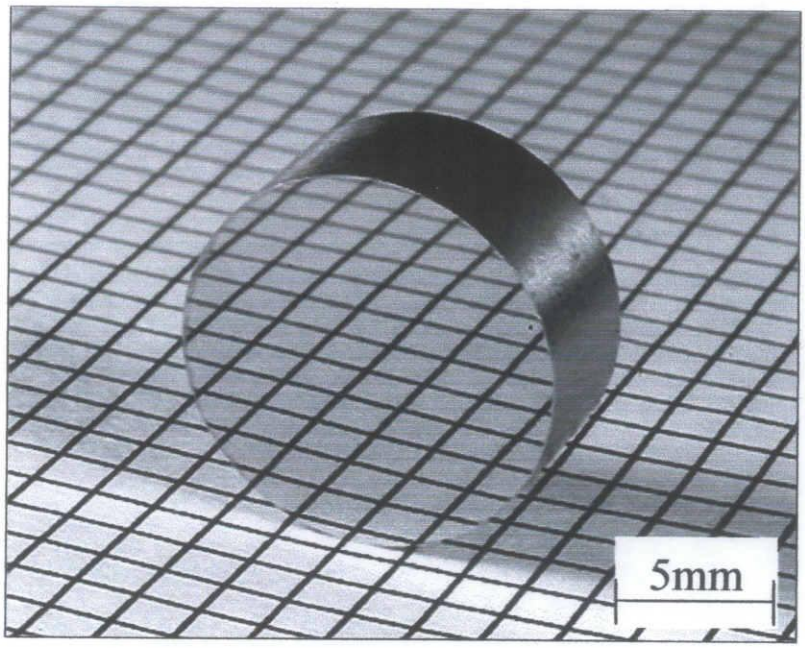


Fig. 2.11　研磨後の工具の外観

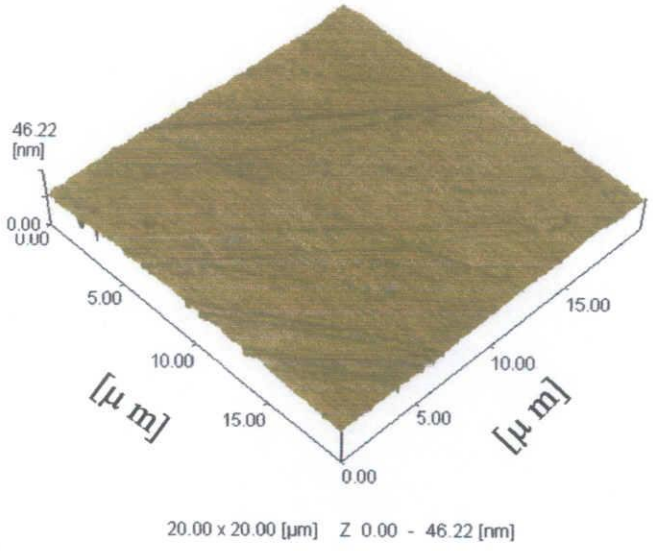


Fig. 2.12　研磨後の工具表面の AFM 像

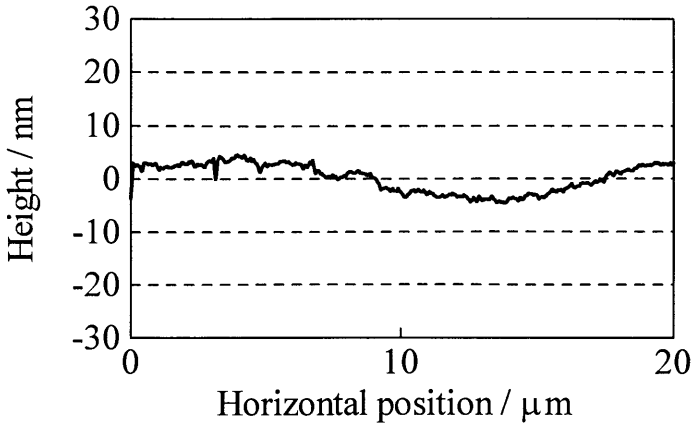


Fig. 2.13　研磨後の工具表面の断面曲線

2.3　圧縮試験

2.3.1　圧縮試験工具の表面処理

圧縮試験において，工具と試験片の間で金属接触が起こると試験片表面の平滑化が妨げられる．そこで本研究では，工具と試験片の間の金属接触を避けるために工具表面にカーボン蒸着を施したもの，工具表面に液体潤滑剤として菜種油(ナカライテスク株式会社製)を塗布したものを用いて実験を行った．

工具表面へのカーボン蒸着は，エタノールによって脱脂した工具表面に，真空蒸着装置(明石製作所製)を用いて真空蒸着用カーボン(日新 EM 株式会社製，φ5×100mm)を蒸着させて行った．蒸着時間は 20～30 秒とした．

液体潤滑において潤滑油膜が厚く完全な境界潤滑でない場合，潤滑油が工具と試験片の間に閉じ込められ，試験片表面にミクロプールと呼ばれる微小な穴が出来ることが知られている[10]．そこで，工具表面への菜種油の塗布は，工具表面に可能な限り薄く塗布するため，菜種油 0.05ml をエタノール 20ml で希釈して希釈率 0.25vol%にしたものを工具表面に塗布した．

2.3.2　圧縮試験装置

圧縮試験における加圧装置には，万能試験機(島津製作所製，REH-50 型)を使用した．Fig.2.14 に圧縮試験装置の外観を示す．この試験機は，最大圧縮荷重として 9.8，24.5，49，98，245，490kN の 6 段階のレンジがあり，最大で 490kN の負荷が可能である．また，圧縮板の最大間隔は 800mm，圧縮荷重の最小目盛は各々のレンジでの最大圧縮荷重の 1000 分の 1 となっており，圧縮速度は 0～80mm/min の間で調節可能である．上工具と下工具それぞれの圧縮工具は Fig. 2.15 に示すようにダイセット(双葉電子工業製)に設置した．

東京大学大学院　工学研究科

Fig. 2.14　万能試験機(島津製作所製，REH-50 型)

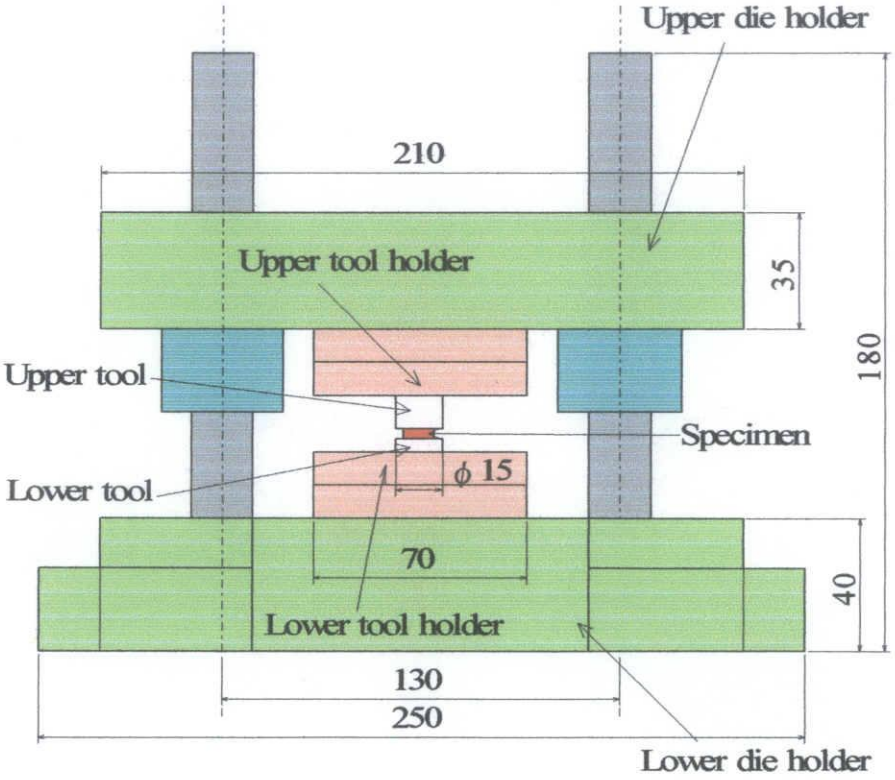


Fig. 2.15　圧縮工具とダイセットの概略図

2.3.3 圧縮試験条件

本研究では，ひずみの表面形状への影響を調べるために圧縮率 e_c を変化させて実験を行った．圧縮率 e_c の算出は次式から行うものとする．

$$e_c = \frac{t_0 - t}{t_0} \times 100 \quad (\%) \tag{2.1}$$

(t_0：試験片初期板厚，t：圧縮後試験片板厚)

圧縮試験時のひずみ速度は 2mm/min として実験を行った．

また，圧縮中の荷重と変位の変化を知るために万能試験機と変位測定器(ONO SOKKI 製 LINEAR GAUGE SENSOR GS-112)に接続したデジタルゲージ(ONO SOKKI 製 DIGITAL-ANALOG OUT GAUGE DG-450)をレコーダー(NEC 製オムニエースⅡ RA1200)につなぎ，出力される電圧を記録した．そして，出力された電圧と荷重，電圧と変位量の校正を行った．

その結果，荷重については

98kN レンジの場合：荷重値[N]＝991.96×出力電圧[mV]－4478.8

49kN レンジの場合：荷重値[N]＝489.4×出力電圧[mV]－1934.03

24.5kN レンジの場合：荷重値[N]＝243.97×出力電圧[mV]－931.22

の関係が得られ，変位については「変位値[mm]＝0.098×出力電圧[V]」の関係が得られた．

2.3.4 圧縮試験手順

圧縮試験の実験手順を以下に示す．全ての実験はこの手順に従って行った．

(1)試験片表面の汚れやほこりなどを除去するためにエタノールを洗浄剤として超音波洗浄を 3 分間行う．

(2)超音波洗浄後，圧縮工具と試験片をダイセットに取り付ける．

(3)圧縮を行う万能試験機の電源を入れ，実験前に約 2 分間慣らし運転をする．これは試験機に油の循環をさせるためである．

(4)組み付けの完了したダイセットを万能試験機に設置し，変位測定機を設置する．
万能試験機に荷重値出力用のコードをつなぎ，レコーダーに接続する．また，変位測定器のデジタルゲージもレコーダーに接続する

(5)万能試験機の圧縮部とダイセットの間隔を数 mm 程度まで接近させる．このとき，徐々にスピードを遅くして接触する直前になったら圧縮速度を 2mm/min とする．
ここで，レコーダーの記録を開始する．

(6)そのまま圧縮速度 2mm/min で下降させながら，指針が動き始めた時点で変位測定機の値を 0 にする．

(7)圧縮速度 2mm/min で圧縮し，変位測定機の変位より板厚を推測し目標値まで圧縮する．
圧縮終了後に圧縮試験機より荷重の値を，変位測定機より変位の値を記録する．Table 2.2 に本研究での変位の目標値の一覧を示す．

(8)圧縮試験後，試験片の弾性変形を考慮し，急激な除荷を避けるために無負荷の状態に達するまで 2mm / min で万能試験機の圧縮部分を上昇させる．
ここで，レコーダーの記録を終了する．

(9)無負荷の状態に達した後，さらに上昇させる．

(10)完全に上昇が完了してから万能試験機よりダイセットを取り外して，試験片の裏表が分かるように試験片を取り出す．また，この時に試験片・工具ともに表面状態が変わらないように注意する．

(11)試験片表面に付着した潤滑剤等を除去するためにエタノールで超音波洗浄を行う．

(12)圧縮後試験片の板厚 t を測定し，初期板厚 t_0 より圧縮率 e_c を求める．
レコーダーの記録より荷重 - 変位の関係を求める．

(13)AFM で試験片表面の観察を行う．

(14)表面粗さ計で試験片表面の粗さ計測をする．

(15)計測終了後は空気中の水分が表面へ付着することを防ぐために工具および試験片はデシケータ内に保存する．

Table 2.2　変位測定機での変位の目標値

e_c [%]	A1050-H /mm		A1050-O /mm	
	Carbon	Colza oil	Carbon	Colza oil
10	0.18	0.18	0.2	-
20	0.3	0.3	0.3	-
30	-	0.4	0.38	0.29
40	-	-	0.47	0.4

2.4　触針式表面粗さ計による評価方法

本節では，最大高さ粗さ R_Z の測定方法について説明する．触針式表面粗さ測定装置 Talysurf 10 (Taylor-Hobson 社製)の外観を Fig. 2.16 に示す．触針式表面粗さ計は Fig. 2.17 に示すように先端半径 2~10μm 程度の触針で表面を直接トレースし，その触針の上下を差動トランスなどで電気的な信号に変換し，出力するものである．なお，本装置の触針の端面は一辺の長さ 2.5μm の正方形(フラット)である．本研究では，まずエタノールで脱脂した試料を表面粗さ計にセットし，触針が試料表面を水平に走査するように調整する．なお，V_v (Vertical Magnification)は×50000，V_h (Horizontal Magnification)は×100 に設定して測定した．測定の際，粗さ曲線がなるべく記録用紙に平行に記録されるように注意する．次に，表面粗さが記録された記録用紙から Fig. 2.18 に示すようにして最大高さ粗さ R_Z を測定した．ここで，最大高さ粗さ R_Z とは，粗さ曲線からその平均線の方向に基準長さ L だけを抜き取り，この抜き取り部分の山頂線と谷底線との間隔を粗さ曲線の縦倍率の方向に測定し，この値をマイクロメートルで表したものをいう．

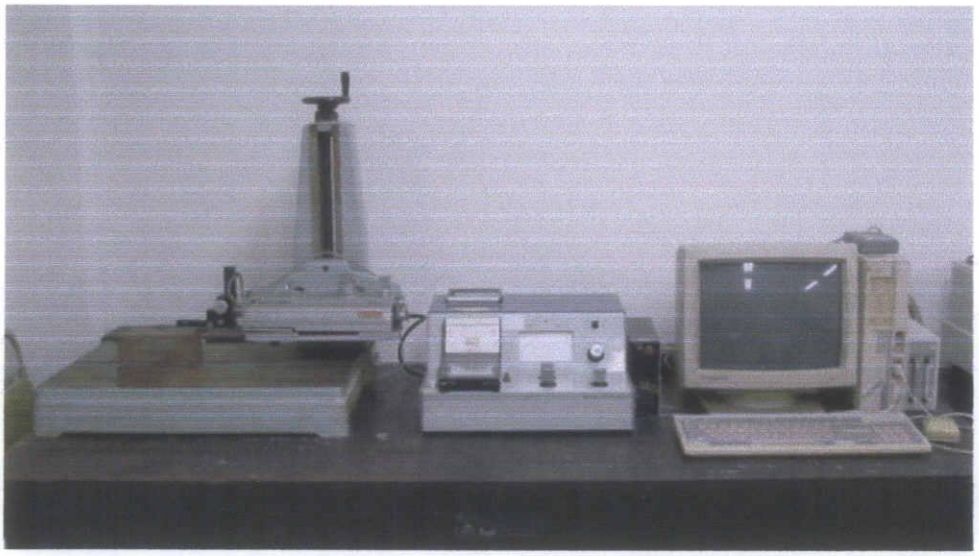


Fig. 2.16　触針式表面粗さ計(Talysurf 10)の外観

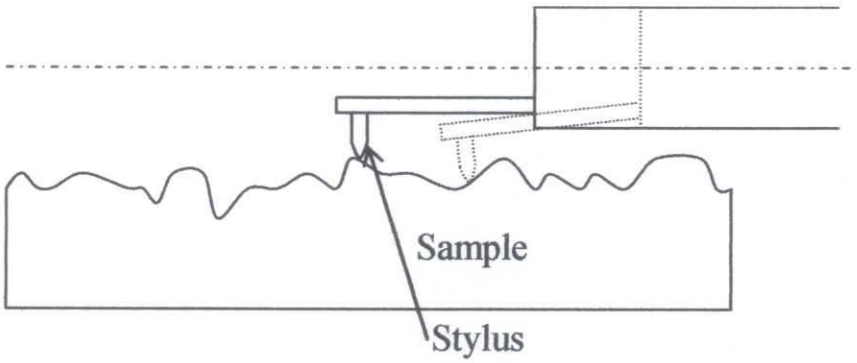


Fig. 2.17　触針式表面粗さ計の原理図

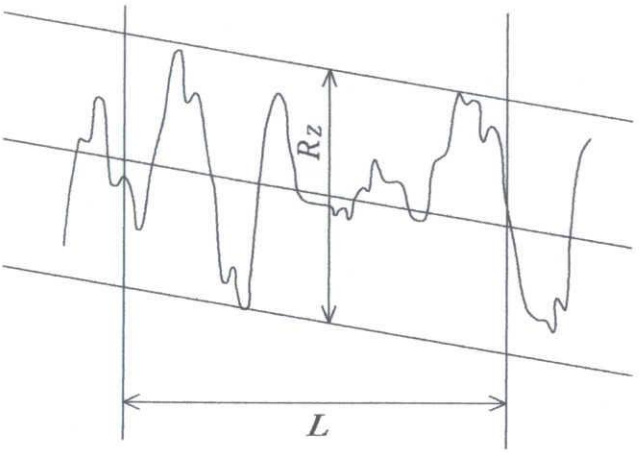


Fig. 2.18　粗さ曲線から最大高さ粗さ R_Z を求める方法

2.5 原子間力顕微鏡(AFM)による観察方法[11]

2.5.1 装置と原理

SPM(Scanning Probe Microscope)とその周辺装置の外観写真を Fig. 2.19 に示す．これらは本体 SPM9500J3(島津製作所製)，ホストコンピュータ(DELL 製 OPTIPLEX GX-150)，カラーディスプレイモニター(MITSUBISHI 製　RD17GXⅡ)，除振台（MEIRITSU 製　AZ－S）から構成されている．

装置は大別すると，SPM ユニット，制御ユニットおよびデータ処理系から構成される．SPM ユニットは，試料を三次元に動作させるピエゾスキャナ，試料表面の凹凸を検知するカンチレバーならびに光てこ検出部，AFM ヘッドを試料表面に対して大きく上下させる Z 軸駆動部および除振機構から構成される．また，制御ユニットはスキャンコントローラ(X，Y，Z 軸出力)，フィードバックコントローラ(DSP によるデジタルフィードバック方式)および制御コンピュータにより，スキャナに装着した試料を走査・フィードバック制御して測定データを収集する．その測定データなどは，通信インターフェースを通してデータ処理系へ渡される．そしてデータ処理系は通信インターフェースを介して制御ユニットからの測定データをホストコンピュータに取り込み，リアルタイムでモニタに表示する．また，測定データはホストコンピュータにおいて画像表示，画像処理および画像解析を行うことが可能である．

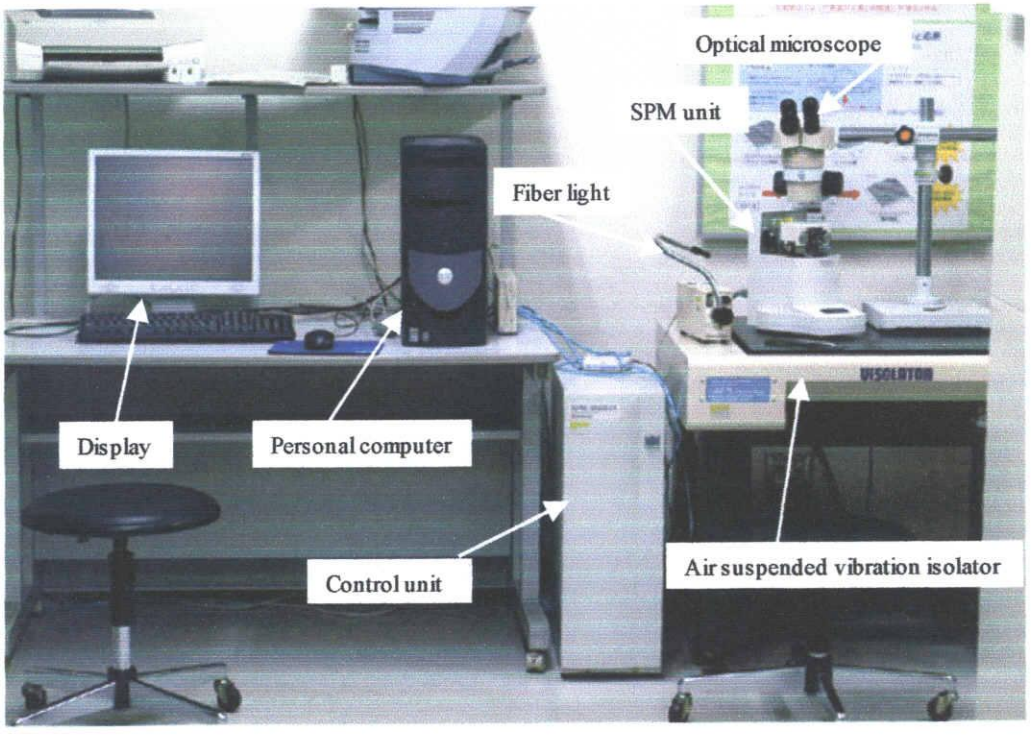


Fig. 2.19　SPM および周辺装置の外観

SPM－9500J3 の主な仕様は，以下の通りである．

- 最大走査範囲(X・Y)：30μm×30μm
- 最大測定範囲(Z)：5μm
- 変位検出系：LD／光てこ／4 分割 PSD
- 試料最大形状：ϕ24mm×8mm
- 制御方法：Digital-Signal-Processor(DSP)によるデジタル方式
- 画像処理：傾斜補正，ノイズライン除去，局所フィルター，周波数フィルター，画像拡大，画像反転，画像回転など
- 画像解析：断面形状解析，線粗さ解析，表面粗さ解析，パワースペクトル解析，自己相関解析，フラクタル解析など
- 画像表示：濃淡画像表示(測長可能)，3 次元表示(Solid，Height，Lines，Mesh)等

また，SPM 観察に用いたカンチレバーは OLIMPUS 製の Micro cantilever である．微小構造体材料として優れた特性を示すことで，広く用いられている．

Micro Cantilever の主な仕様を以下に示す．

- 製品名：OMCL-TR800PSA-1
- 材質：窒化シリコン(SiN)

本研究で使用した SPM では，高倍率での試料表面の凹凸像が得られる AFM(Atomic Force Microscope)コンタクトモード，AFM ダイナミックモード，STM モードおよび表面走査時の水平力が得られる LFM モードがあるが，本研究では，AFM コンタクトモード（カンチレバー接触式）を使用して試料表面の観察と解析を行った．

AFM は，試料表面にカンチレバーを接近させることによって試料表面とカンチレバーとの間に働く原子間力を検出し，試料表面の形状を観察する装置である．一般に，物質表面間ではファンデルワールス力，クーロン力などの原子間力が働いている．カンチレバーは Fig. 2.20 に示すような微少な構造体であり，半導体プロセスを用いて生成されている．このカンチレバーを試料表面に近づけると，試料との間で働く原子間力によって Fig. 2.21 の点線で示すようにカンチレバーがたわむ．このわずかな変位は，離れた位置で検出することにより拡大される．実際の装置では，半導体レーザからのレーザ光をカンチレバー背面で反射させ，その反射光の位置移動をカンチレバーから離れた位置に配置された分割型フォトダイオードで検出する．この検出法は光てこ検出法と呼ばれ，AFM 観察に最も多く用いられている検出方法である．

このようにカンチレバーと試料表面間で働く局所的な力を，カンチレバーのたわみとして検出し，この力を一定に保つように探針－試料間の距離を制御しながら試料表面に沿って走査してこの制御量を試料表面像として画像化する．

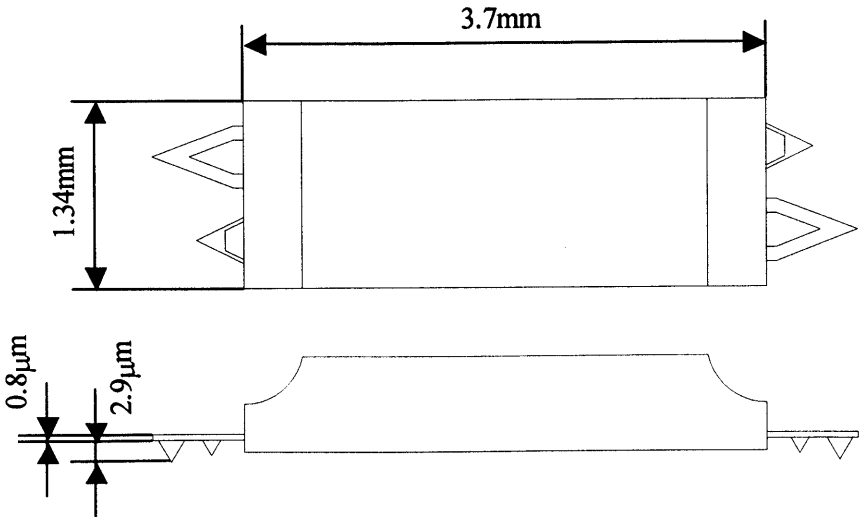


Fig. 2.20　カンチレバーの外形図

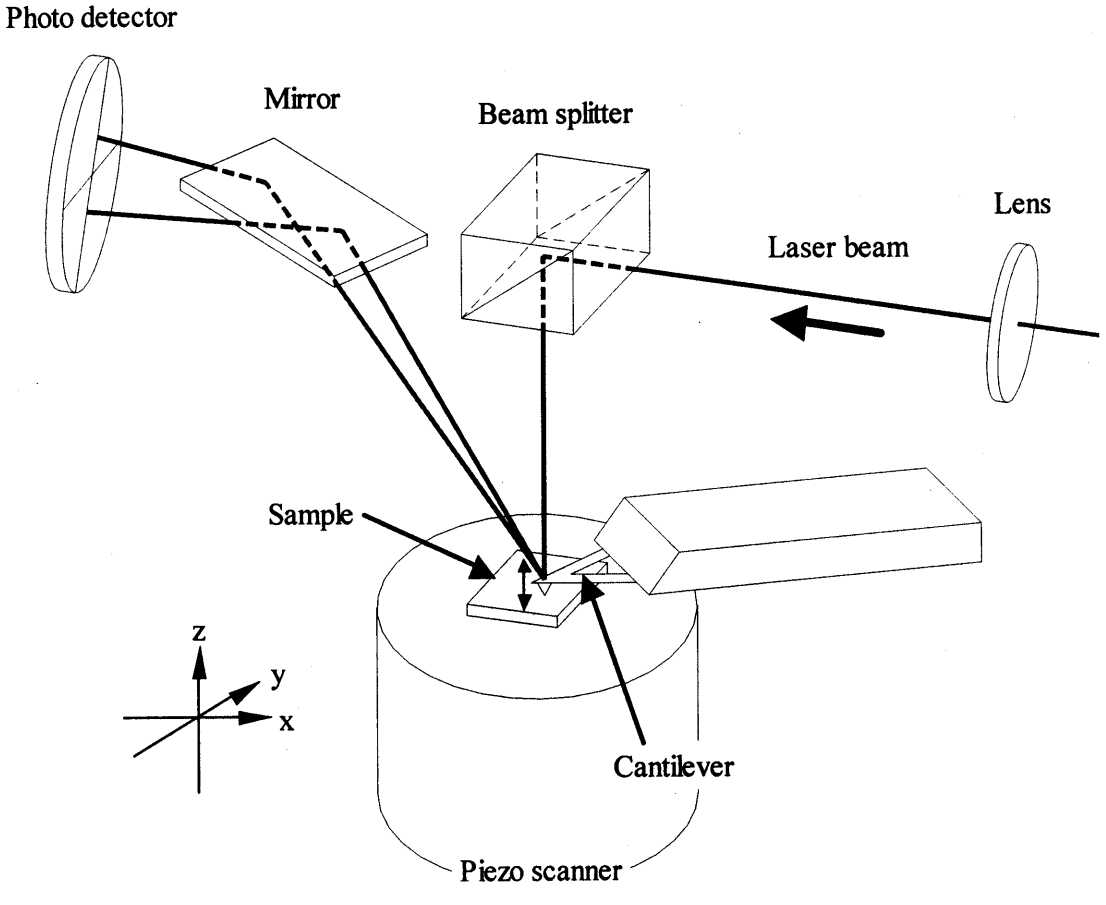


Fig. 2.21　光てこ検出法

2.5.2 観察の手順と条件

本研究では，以下のような手順で試料の AFM 観察を行った．

(1)制御ユニットとパーソナルコンピュータの電源を入れ装置を起動し，SPM manager を起動する．

(2)AFM ヘッド部両側面にあるクランプレバーをゆるめ，AFM ヘッド部全体を少し持ち上げ後方に移動させると試料ホルダを装着するスキャナ上面が露出するので，そこへピンセットを用いて試料ホルダを装着する．

(3)レーザスポットをカンチレバー先端へ移動させ，フォトダイオード位置を調整する．

(4)観察条件として，走査範囲，走査速度，画素数，Z レンジ，オペレーティングポイント，P ゲイン，I ゲイン，走査モードを Table 2.3 のように設定する．

(5)高速アプローチを行い，カンチレバーを試料ホルダに近づける．
続いて，精密アプローチを行う．精密アプローチが終了すると自動的に走査が始まり，オンラインアプリケーション画面上に画像データが表示される．

(6)続けて観察する場合は手順(4)と(5)の操作を繰り返し，AFM 画像を得る．

(7)作業が終了したらカンチレバーを上昇させて試料を取り出す．

Table 2.3　AFM の観察条件

Material	Tool	A1050BD
SR	20μm	20μm
Z range	×8	×4
Scanning rate	2Hz	
Number of pixels	512×512	
Operating point	1	
P gain	10	
I gain	0.01	
Scanning mode	Contact mode	

高さ 7mm の下工具および試験片表面は圧縮試験前後に AFM 観察を行った．走査範囲 *SR* は 20μm×20μm(*SR*=20μm)とした．画像の解像度は最大 512×512 画素で出力される．試験片は工具と材料の相対すべり量による平滑化挙動の影響を調べるため，圧縮試験後の表面の半径 r=0，1，2，3 mm の 4 箇所において測定を行った．AFM により表面観察を行う場所を Fig. 2.22 に示す．

また，AFM による測定結果の最大高さ粗さに対応する値として Fig. 2.23 に示すように走査範囲で得られる断面曲線の最大と最小の差を最大高さ粗さ相当値 R_{Ze} とした．これは，最大高さ粗さ R_Z に相当するもので，局所的かつ微視的な部分での粗さ評価に適していると考えられる．そして，R_Z と併用し，*SR*=20μm における R_{Ze} による表面の評価を行った．また，材料流動の影響を調べるため，各測定位置において Fig. 2.22 に示すように r 方向(半径方向)と θ 方向(r 方向に垂直な方向(円周方向))の R_{Ze} を測定した．

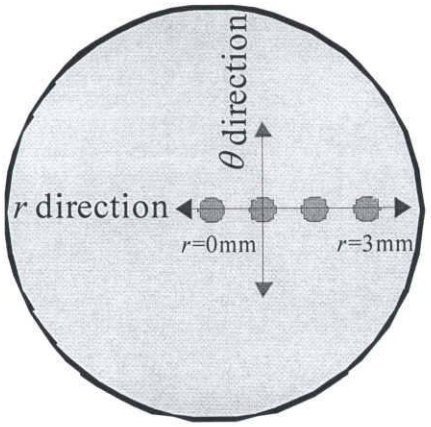


Fig. 2.22　圧縮後試験片の AFM 観察を行う場所

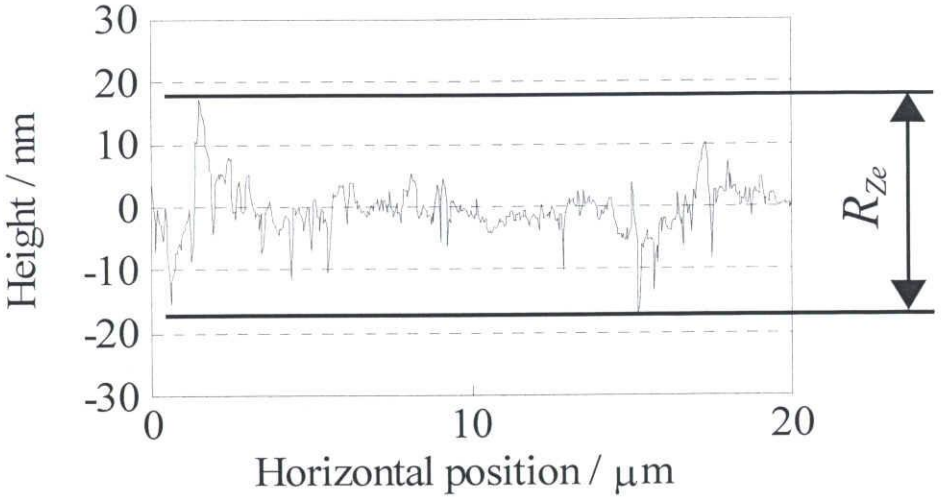


Fig. 2.23　最大高さ粗さ相当値 R_{Ze} の定義

2.6　工具表面のカーボン蒸着膜剥離面積率の測定

表面にカーボン蒸着を施した工具を用いて圧縮試験を行う場合，工具表面のカーボン蒸着膜の剥離が起きることがある．そして，これによって工具と試験片の金属接触が生じて試験片表面が粗くなるというように，カーボン蒸着膜の剥離は平滑化に大きく影響を及ぼすものと考えられる．そこで本節では，工具表面のカーボン蒸着膜の剥離が平滑化に及ぼす影響を調べるために定義したカーボン蒸着膜剥離面積率γの求め方を以下に示す．

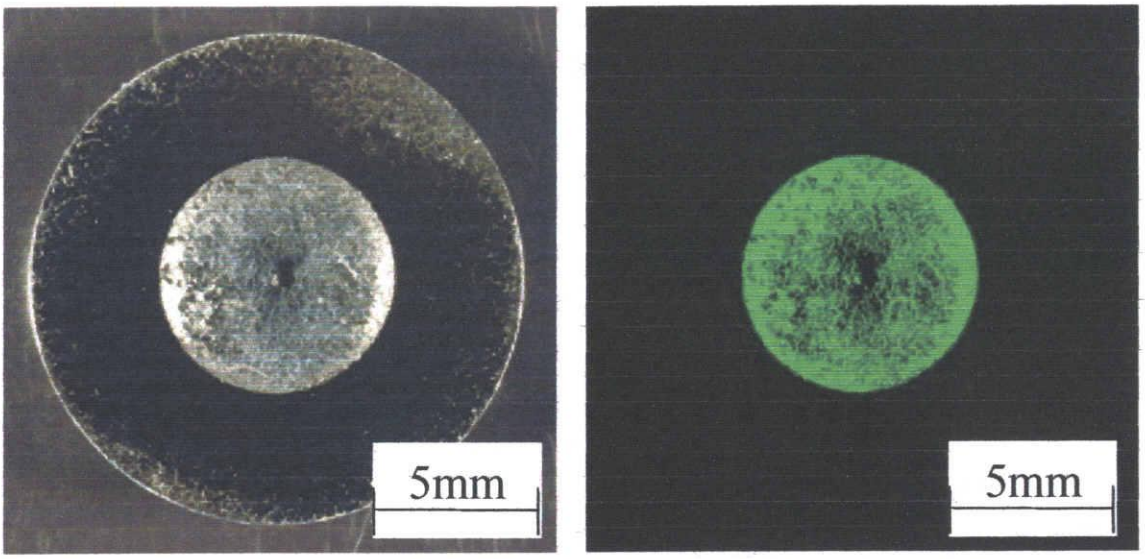
まず，デジタルカメラ(FUJIFILM 製，FinPixS1Pro)を用いて得た工具表面のデジタルカメラ像を WinROOF (MITANI CORPORATION 製)に取り込み二値化処理を行った．その際のしきい値はカーボン蒸着を施した工具表面と蒸着していない工具表面の色調(濃度差)に着目して決定した．その様子を Fig. 2.24 に示す．図は工具表面 (アルミニウム引抜き材，e_c=6%)の画像であり，試験片の測定箇所 r=1，2mm に対応する工具表面の剥離が顕著に見られる．

次に，二値化処理を施した後の画像から工具表面のカーボン蒸着膜の剥離部分の総面積を求めた．そして，試験片と工具の見かけ上の接触面積を A_A，剥離部分の面積を A_P とし

て工具表面のカーボン膜剥離面積率γを次式のように求めた．

$$\gamma = \frac{A_P}{A_A} \times 100 \quad [\%] \tag{2.2}$$

Fig. 2.24 に示した場合の剥離面積率はγ=73%である．



(a)二値化前　　(b)二値化後

Fig. 2.24　圧縮後工具表面のデジタルカメラ像の一例
(アルミニウム引抜き材，e_c=6%，γ= 73%)

2.7　有限要素法(FEM)解析

2.7.1　解析モデルと条件

圧縮試験における工具と試験片の相対すべり量や測定箇所の面圧等を知るために剛塑性有限要素法(FEM)によるシミュレーションを行った．解析には Virtual Forging(コマツ産機製，バージョン 1.07.03)を使用し，変形抵抗は材料試験で得られた結果を用いた．解析対象は軸対称を仮定した．Fig. 2.25 に FEM 解析モデルと境界条件，Table 2.4 に FEM 解析条件を示す．

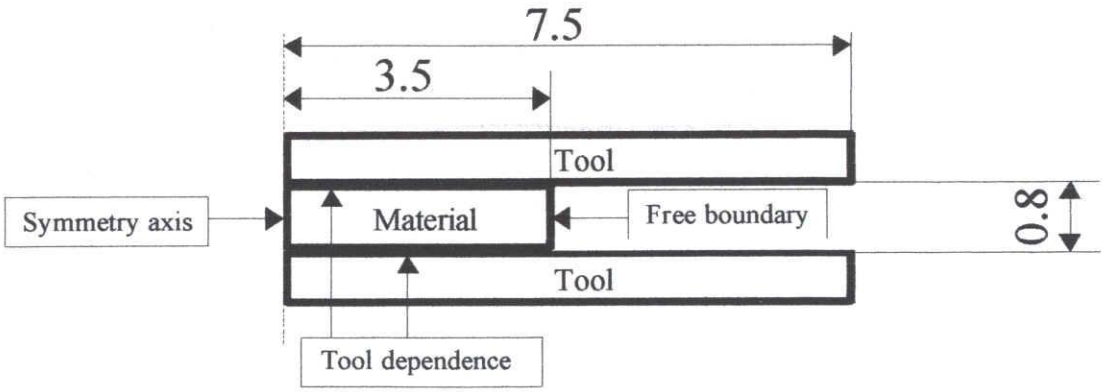


Fig. 2.25　FEM 解析モデルと境界条件

Table 2.4　FEM 解析条件

表面マーカ粒子数	208
マーカ粒子数	4626
節点数	3109
要素数	2986
工具節点数	4
要素表面節点数	244

2.7.2　摩擦係数μの決定方法

圧縮試験をシミュレートするためには，工具と試験片間の摩擦係数μを決定する必要がある．そこで，Fig. 2.26 に示すように未知のμに初期値を与えて FEM 解析を実行し，加工荷重を求める．そして，FEM 解析から求めた加工荷重と実験で得られた加工荷重の比較を行いながらμを 0.001 刻みで変化させ，両者の差の絶対値が最小となるμを求めて実験時の工具と試験片間の摩擦係数であるとした．

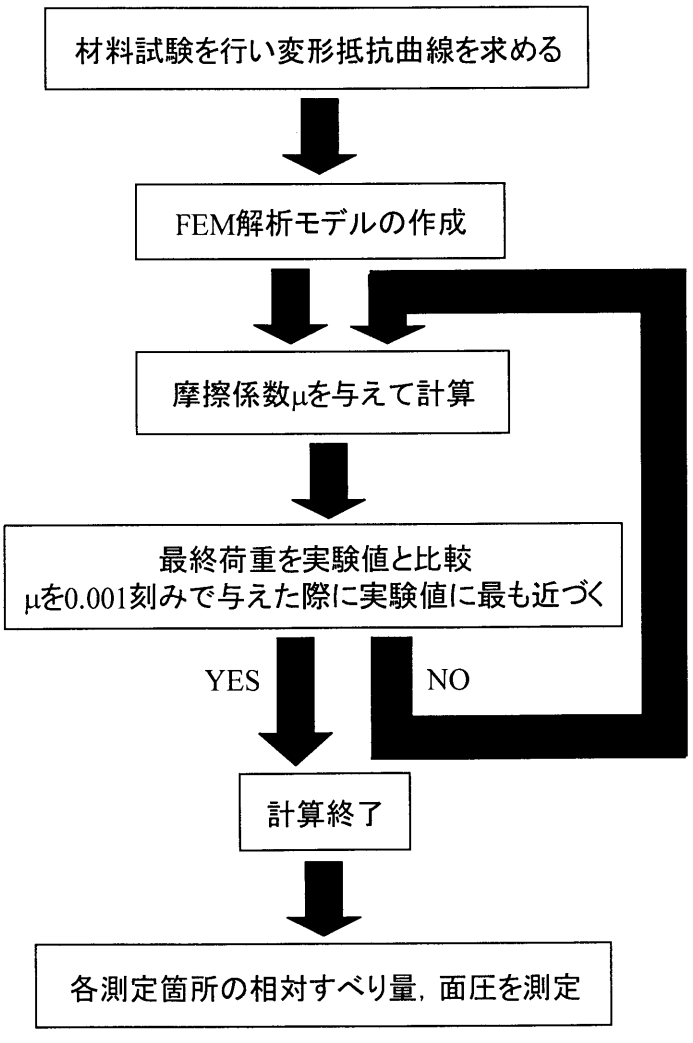


Fig. 2.26　摩擦係数μの決定方法

2.7.3　相対すべり量 L_S と工具接触面圧 p の計算

材料流動が平滑化に及ぼす影響を調べるため，Fig. 2.27 に示すように圧縮前の試験片表面上のある点が圧縮することにより移動した移動距離を工具と試験片表面の相対すべり量 L_S と定義した．また，FEM より工具接触面の面圧を計算し，工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係も調べた．

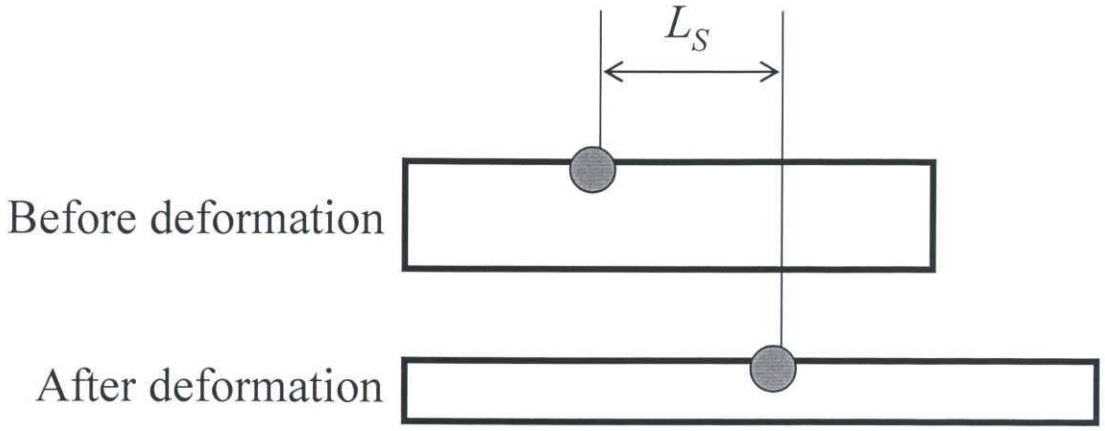


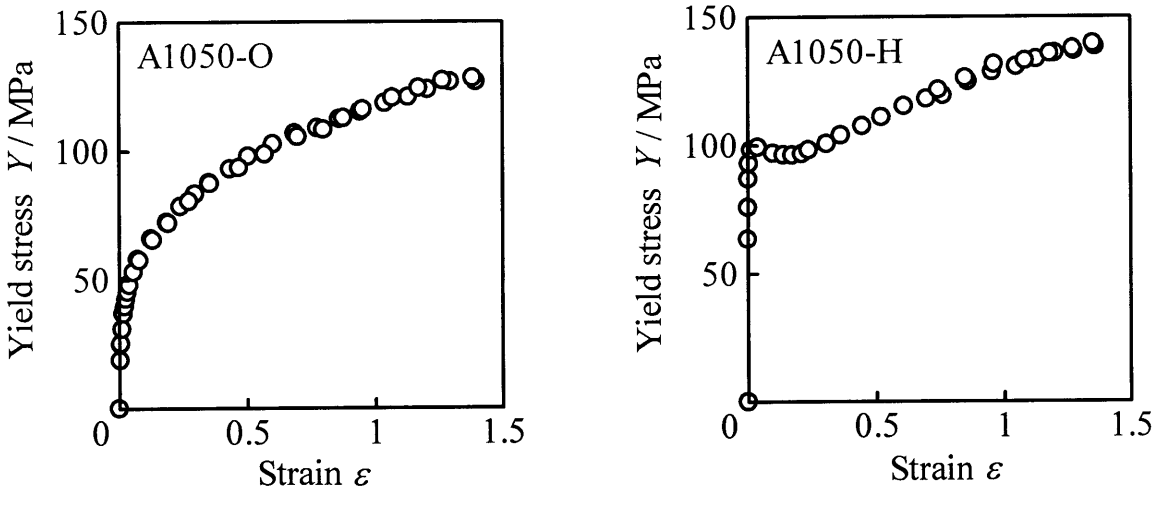
Fig. 2.27　相対すべり量 L_S の定義

第3章　カーボン蒸着工具を用いた圧縮加工による平滑化挙動

本章では，圧縮試験工具の表面にカーボン蒸着を施すことで工具と試験片表面の金属接触を避け，超平滑な表面を持った加工品を創成することを目的として，工具表面にカーボン蒸着を施した工具を用いてアルミニウム焼なまし材試験片およびアルミニウム引抜き材試験片の圧縮加工を行った結果を示す．なお，結果の整理では，表面粗さ計による最大高さ粗さ R_Z の測定，AFM による試験片表面の観察，FEM 解析による変形シミュレーションを行い，超平滑面の創成挙動について検討した．

3.1　圧縮試験による試験片の変形抵抗曲線の測定

本実験で使用する試験片の変形抵抗を求めるため，供試材より直径 10mm，高さ 10mm の円柱を旋削により作成し，最大高さ粗さ R_Z=0.1μm の工具を用いて万能試験機で圧縮試験を行った．潤滑には白色ワセリンを塗布したテフロン膜(公称膜厚 50μm)を用い，数%圧縮するたびに測定および潤滑を行った．約 50%圧縮後，旋削により ϕ5mm，高さ 5mm に仕上げ，更に圧縮試験を続けた．その結果得られた アルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片の変形抵抗曲線を Fig. 3.1 に示す



(a)アルミニウム焼なまし材試験片　　(b)アルミニウム引抜き材試験片

Fig. 3.1　本研究で使用した試験片の変形抵抗曲線

3.2　アルミニウム焼なまし材(A1050-O)の圧縮加工による平滑化挙動

3.2.1　圧縮率と表面粗さの関係

アルミニウム焼なまし材試験片においては，これまで戸田[9]によって圧縮率 e_c≒30%までの実験が行われており，e_c が大きくなるに従って平滑化が進むという結果が得られている．最も平滑化された e_c=30%のところで触針式表面粗さ計より得られた最大高さ粗さは R_Z＝36nm であった．Fig. 3.2 に圧縮前と最も平滑化が進んだ e_c=30%に圧縮したアルミニウム焼なまし材試験片の外観を示す．圧縮加工により試験片表面が鏡面化された様子が分かる．また，このときの工具表面のカーボン蒸着膜の剥離面積率は γ=6%であり，工具と試験片表面の金属接触が少ないことが分かる．そこで，圧縮率を e_c=30%より大きくすることに

東京大学大学院　工学研究科

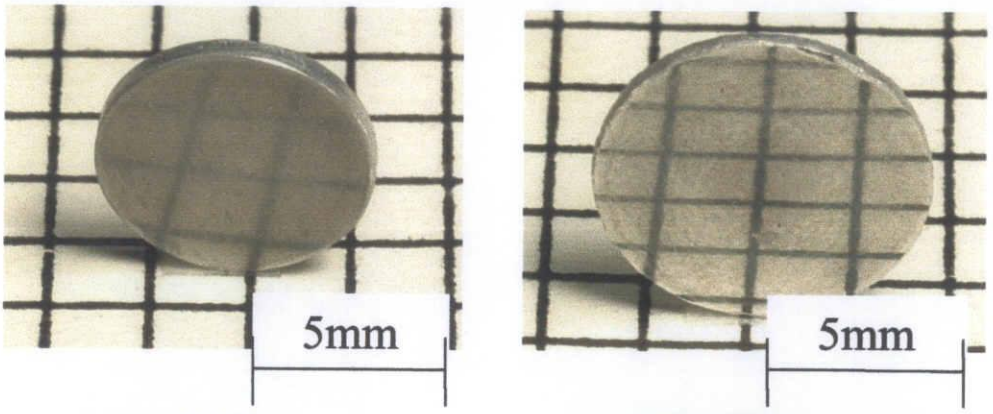
よって更なる平滑化を試みた．

更なる平滑化の試みとして e_c≒30～40%の圧縮試験を行った．Fig. 3.3 に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験前後の試験片表面の R_Z を示す．Fig. 3.4 に各圧縮率における工具表面のカーボン蒸着膜の剥離面積率γを測定した結果を示す．e_c≒30%では，R_Z が大きくなる場合と小さくなる場合がある．その場合のγを調べたところ，γ>40%の場合に R_Z が大きくなり，平滑化が進まなくなっていたので，γ=40%を境界として剥離面積率が大きい場合と小さい場合を分けて示した．e_c≒30%では，γ>40%の場合に R_Z が大きくなり，γ≦40%の場合に R_Z が小さくなっている．e_c≒40%では，R_Z が大きく，γ>40%となっている．よって，カーボン蒸着膜の剥離による工具と試験片表面の金属接触が原因で，現在の条件では e_c≒30%程度までが平滑化の限界と考えられる．

e_c≒30%において剥離の大小によって表面粗さに大きな差があることからカーボン蒸着膜の剥離が平滑化に大きく影響すると考えられるので，剥離が起きる条件を調べるため，各実験において測定された最終荷重 P_{MAX} と圧縮後の試験片の断面積 A_S より以下の式から平均面圧 p_{mean} を求めて検討を行った．

$$p_{mean} = \frac{P_{MAX}}{A_S} \quad / \text{MPa} \tag{3.1}$$

Fig. 3.5 に平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係を示す．γ≦40%の場合とγ>40%の場合ではっきりとした差が見られ，γ≦40%において e_c が増加するに従ってγも増加していることより，e_c≒30%程度が剥離が起きる境界であると考えられる．e_c≒30%を見てみると，γ≦40%と剥離が小さい場合は p_{mean}=300MPa であり，γ>40%と剥離が大きい場合には p_{mean}=500MPa である．よって，アルミニウム焼なまし材試験片においては平均面圧が p_{mean}≧500MPa となるとカーボン膜の剥離が大きく起こり，表面の平滑化が進まなくなると考えられる．



(a)圧縮前試験片　　(b)圧縮後試験片(e_c=30%)

Fig. 3.2　圧縮試験前後のアルミニウム焼なまし材試験片の外観

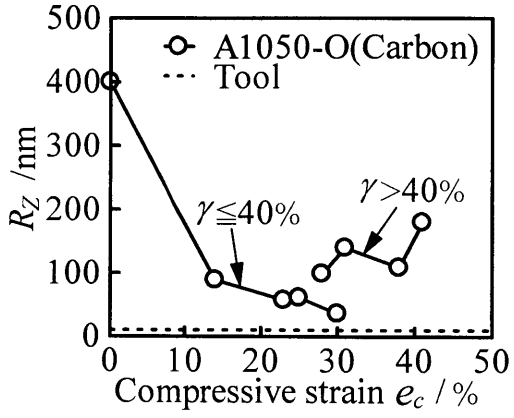


Fig. 3.3　最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

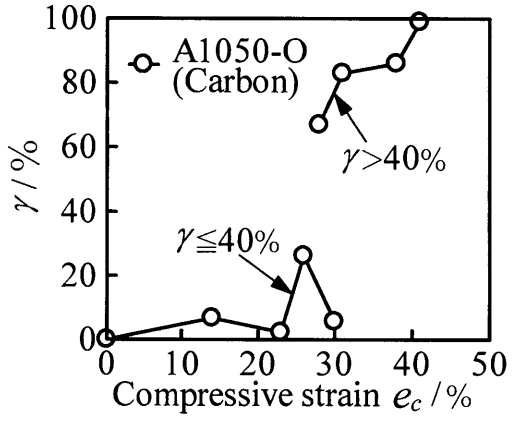


Fig. 3.4　カーボン蒸着膜の剥離面積率γと圧縮率 e_c の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片)

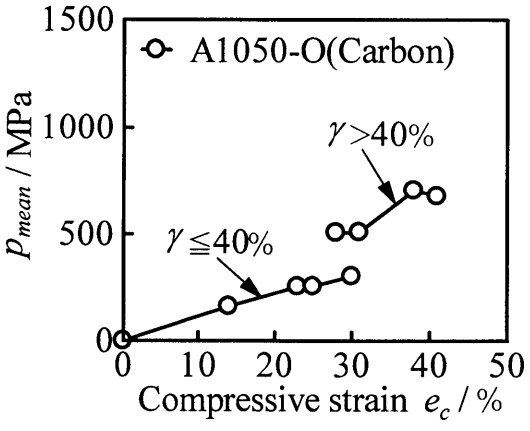


Fig. 3.5　平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

3.2.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

AFMを用いて試験片の局所的な観察を行った．Fig. 3.6に初期表面のAFM像を，Fig. 3.7に最も平滑化が進んだe_c=30%に圧縮した試験片のAFM像を示す．中央部に位置する測定箇所 r=0mm や測定箇所 r=1mm では外周部に比べて表面が粗くなっている．測定箇所 r=2mm では外側に向かって材料流動が見られ，測定箇所 r=3mm ではより顕著な材料流動が見られ，平滑化が進んでいる．

Fig. 3.8に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面のR_{Ze}と圧縮率e_cの関係を示す．剥離面積率が小さい場合($\gamma \leqq 40\%$)ではe_cが大きくなるほどR_{Ze}は小さくなっており，平滑化が進むことがわかる．特に r=2mm，3mm の外周部においてR_{Ze}がより小さくなっており，材料流動が大きいところで平滑化が進むことが分かる．最も平滑化されたところでR_{Ze}=19nm(e_c=30%，r=3mm，半径方向)である．また，剥離面積率が大きい場合($\gamma > 40\%$)では平滑効果が小さいことが分かる．$\gamma \leqq 40\%$の場合と比べて測定箇所の違いによるR_{Ze}のばらつきが大きく，中央部分よりも r=2mm，3mm の外周部の方がR_{Ze}が大きくなっており，材料流動が大きいところでカーボン蒸着膜の剥離による工具と試験片表面の金属接触によって平滑化が妨げられることが分かる．

Fig. 3.9 と Fig. 3.10 にR_{Ze}と測定箇所rの関係を示す．Fig. 3.9は剥離面積率が小さい場合($\gamma \leqq 40\%$)，Fig. 3.10は剥離面積率が大きい場合($\gamma > 40\%$)である．Fig. 3.9より，剥離面積率が小さい場合は，rが大きいほどR_{Ze}が小さくなっており，外周部の方が中央部より平滑化が進んでいることが分かる．これは，中央部では材料流動が小さく，外周部では材料流動が大きいことから，材料流動が大きい場所ほど平滑効果が大きいためと考えられる．また，Fig. 3.10より，剥離面積率が大きい場合は，rが大きいほどR_{Ze}が大きくなっており，材料流動が大きい外周部の方が中央部より平滑化が妨げられていることが分かる．これは，潤滑状態が良くないために大きな摩擦力を受けた状態で材料流動が進んだためと考えられる．

Fig. 3.11 と Fig. 3.12 にR_{Ze}と測定方向の関係を示す．Fig. 3.11は剥離面積率が小さい場合($\gamma \leqq 40\%$)，Fig. 3.12は剥離面積率が大きい場合($\gamma > 40\%$)である．Fig. 3.11より，中央部に近い測定箇所 r=1mm では円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが，外周部の測定箇所 r=3mm では円周方向よりも半径方向のR_{Ze}の値が小さくなっている．また，測定箇所 r=3mm ではe_cが大きくなるほど円周方向と半径方向の差が広がっているので，材料流動が顕著なほど円周方向と半径方向の差が大きくなることが分かる．また，Fig. 3.12より，剥離面積率が大きい場合も同様に，中央部に近い測定箇所 r=1mm では円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが，外周部の測定箇所 r=3mm では円周方向よりも半径方向のR_{Ze}の値が小さくなっている．ただし，Fig. 3.8において特にばらつきが大きかったe_c=31，41%では外周部の測定箇所r=3mmにおいても測定方向によるR_{Ze}の値の違いはほとんど見られなかった．

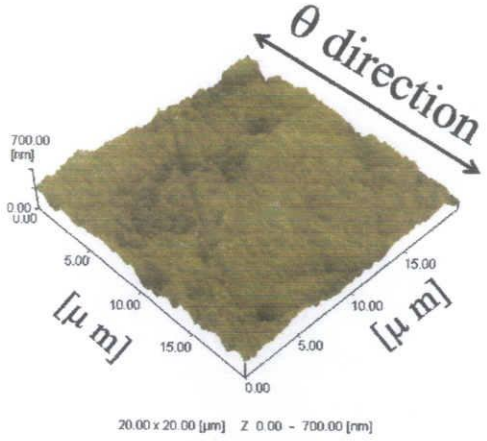
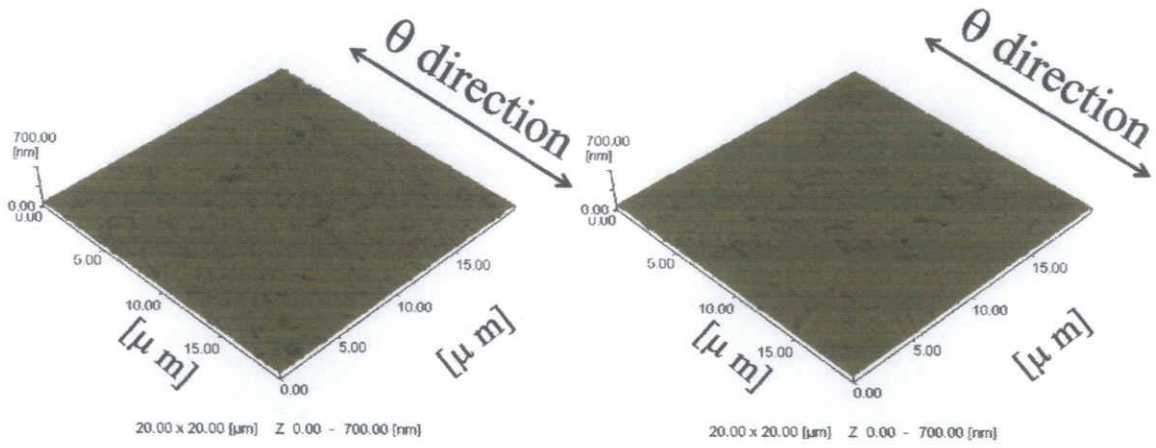
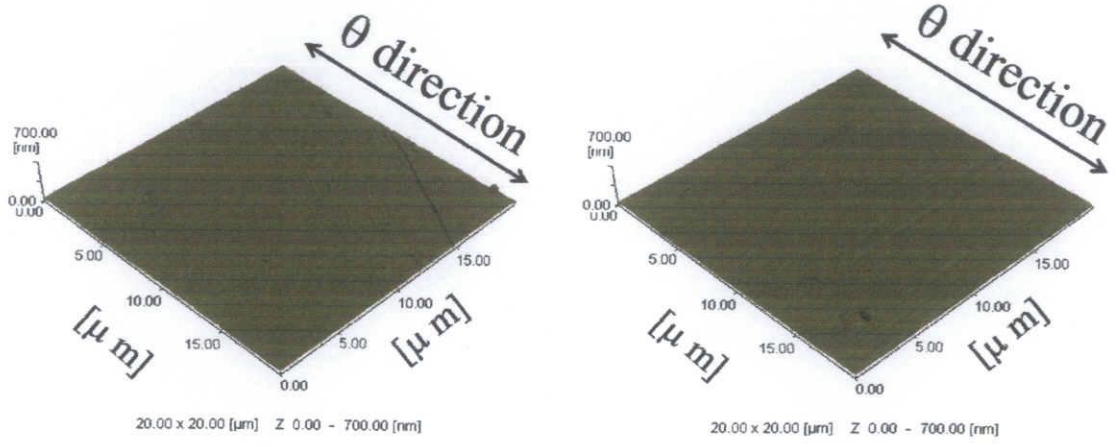


Fig. 3.6　試験片初期表面の AFM 像の例
(アルミニウム焼なまし材試験片，e_c=0%，SR=20μm)

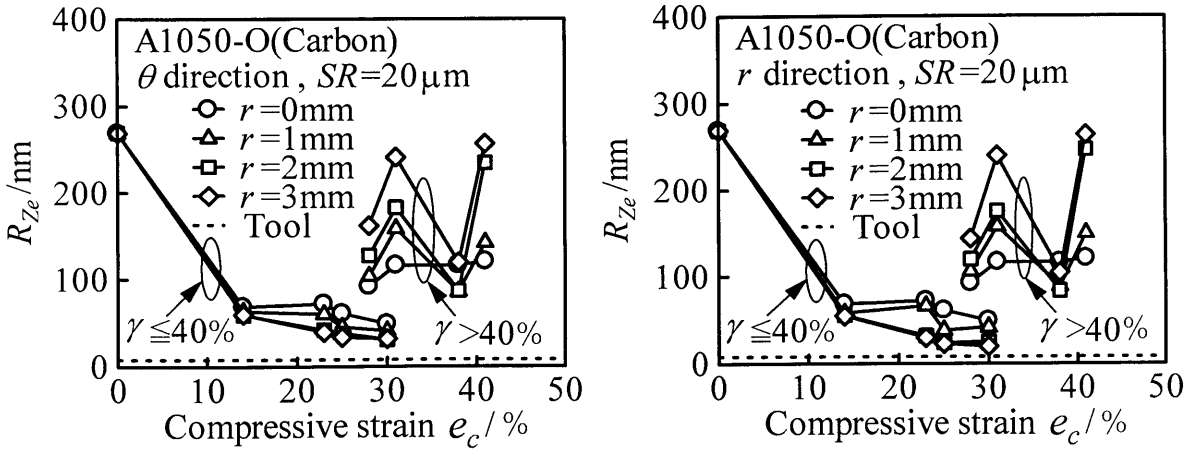


(a)測定箇所 r=0mm　　(b)測定箇所 r=1mm



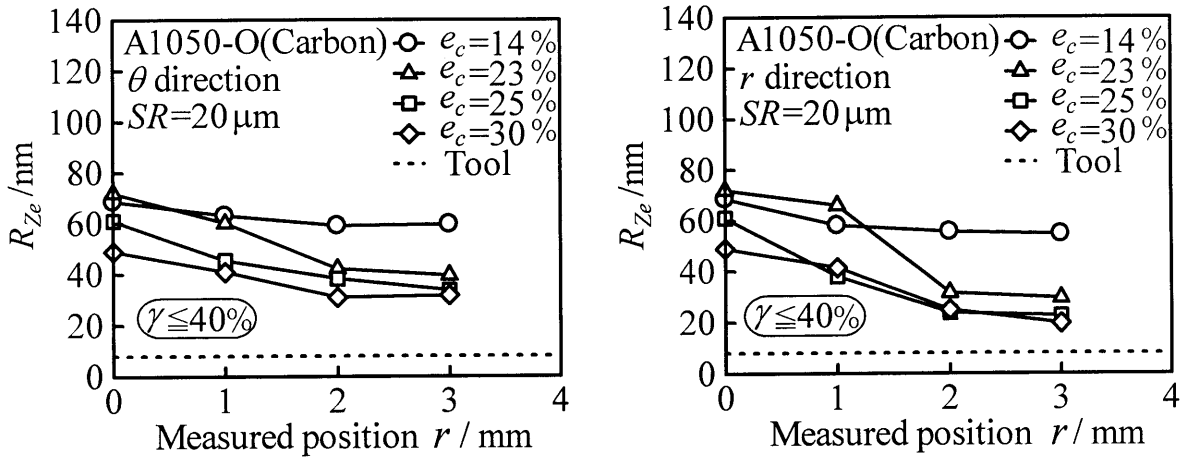
(c)測定箇所 r=2mm　　(d)測定箇所 r=3mm

Fig. 3.7　圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例
(アルミニウム焼なまし材試験片，e_c=30%，SR=20μm)



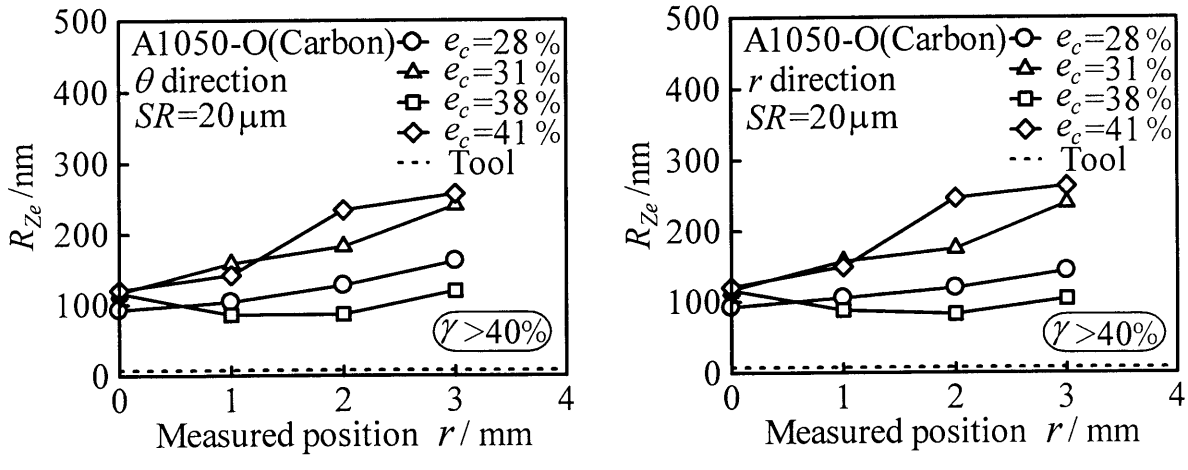
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 3.8　R_{Ze}と圧縮率 e_cの関係(アルミニウム焼なまし材試験片)



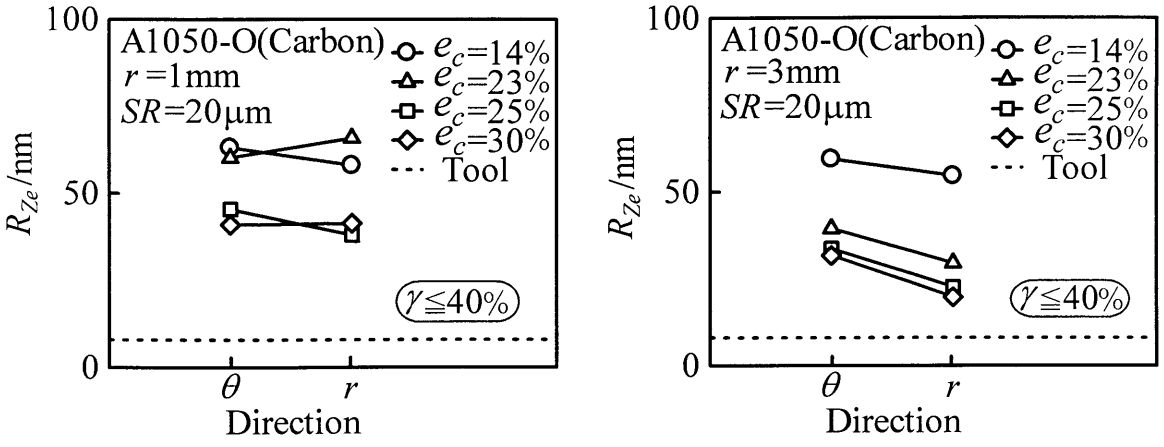
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 3.9　R_{Ze}と測定箇所 r の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，$\gamma \leqq 40\%$)



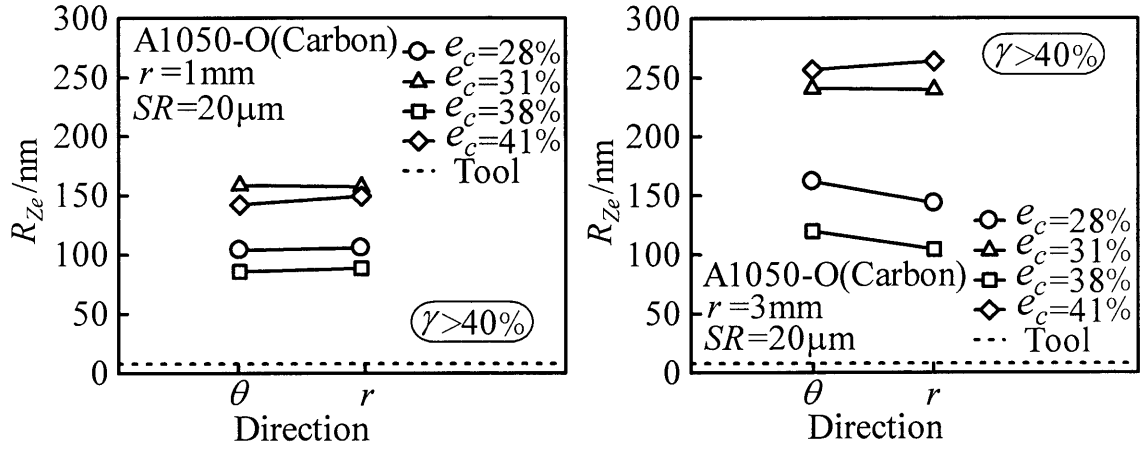
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 3.10　R_{Ze}と測定箇所 r の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，$\gamma > 40\%$)



(a)測定箇所 r=1mm　　(b)測定箇所 r=3mm

Fig. 3.11　R_{Ze}と測定方向の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，γ≦40%)



(a)測定箇所 r=1mm　　(b)測定箇所 r=3mm

Fig. 3.12　R_{Ze}と測定方向の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，γ>40%)

3.2.3　有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 3.13 に実験と FEM における荷重 P と変位 S の関係を示す．なお，実験の場合の変位 S は，実験中の弾性変形を考慮して次の式より求めた．

$$S = Sr - DS \times \frac{P}{P_{MAX}} \quad /\mathrm{mm} \tag{3.2}$$

ここで，Sr：レコーダ出力の変位，DS：総弾性変形量(行程最後のレコーダ出力の変位－(圧縮前の試験片の高さ(実測値)－圧縮後の試験片の高さ(実測値)))，P_{MAX}：行程最後の荷重，P：行程 Sr での荷重である．アルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片ともに実験と FEM はよく一致している．なお，圧縮試験においてγ>40%となった場合，実験の加工荷重が非常に大きく，摩擦係数をμ=1 としても FEM で求めた値と実験値が一致しなかった．よって，本節ではγ≦40%の場合のみの FEM 解析結果を示す．

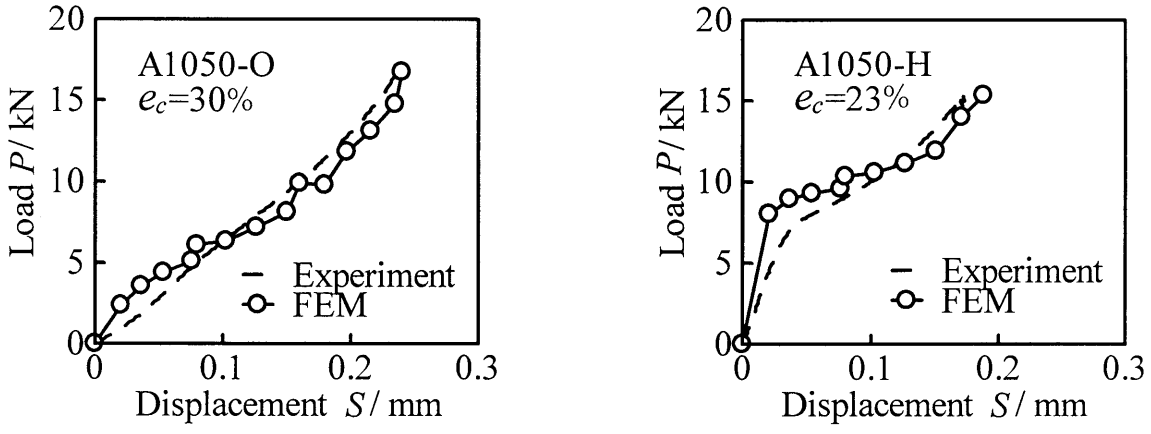
Fig. 3.14 にγ≦40%の場合のアルミニウム焼なまし材試験片の変形の様子を示す．中心部の相対すべり量は小さく，外周部ほど相対すべり量が大きくなる傾向があることが分かる．また，各実験における最終荷重と一致するように決定した摩擦係数μは，圧縮率が異なっ

てもほとんど変わらないので，各実験での潤滑状態はほぼ同じあったと考えられる．

Fig. 3.15 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す．中央部である L_S=0mm での面圧が非常に大きいが，わずかでも相対すべりが生じると面圧が小さくなり，L_S が大きいほど面圧が小さくなっていることが分かる．また，圧縮率 e_c が大きくなると面圧が大きくなることも分かる．

Fig. 3.16 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られた．

Fig. 3.17 に最も平滑化が進んだ e_c=30%に圧縮した試験片における測定方向の違いによる R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．円周方向では相対すべり量が増加しても R_{Ze} はそれほど変わらないが，半径方向では相対すべり量 L_S の増加による平滑効果が大きいことが分かる．よって，相対すべり量が試験片表面の平滑度に大きく関わっており，円周方向より半径方向の方が材料流動による平滑効果がより大きいことが分かった．



(a)アルミニウム焼なまし材試験片(e_c=30%)　　(b)アルミニウム引抜き材試験片(e_c=23%)

Fig. 3.13　荷重 P と変位 S の関係

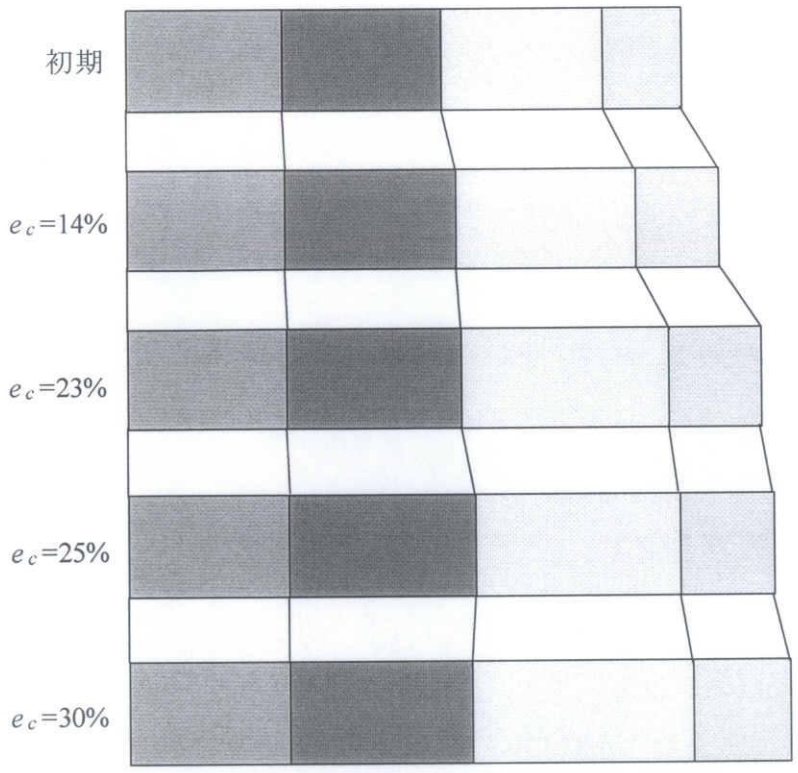


Fig. 3.14　FEM 解析によるアルミニウム焼なまし材試験片の変形の様子
(e_c=14%:μ=0.250，e_c=23%:μ=0.260，e_c=25%:μ=0.234，e_c=30%:μ=0.248)

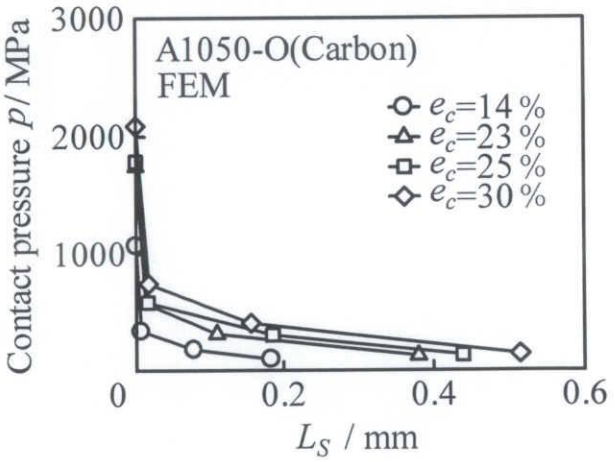


Fig. 3.15　FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片)

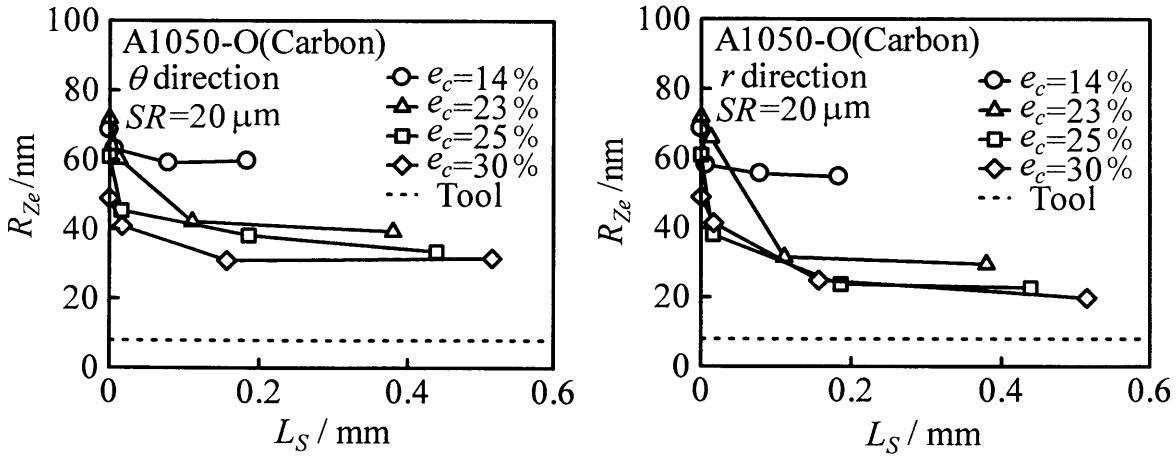


Fig. 3.16　R_{Ze}と相対すべり量L_Sの関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

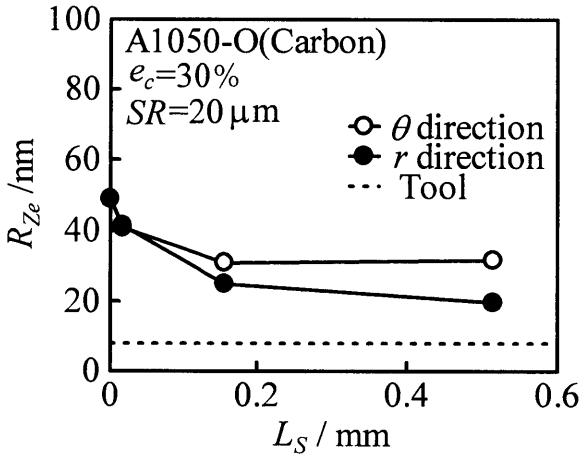


Fig. 3.17　測定方向の違いによるR_{Ze}と相対すべり量L_Sの関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，e_c=30%)

3.3　アルミニウム引抜き材(A1050-H)の圧縮加工による平滑化挙動

3.3.1　圧縮率と表面粗さの関係

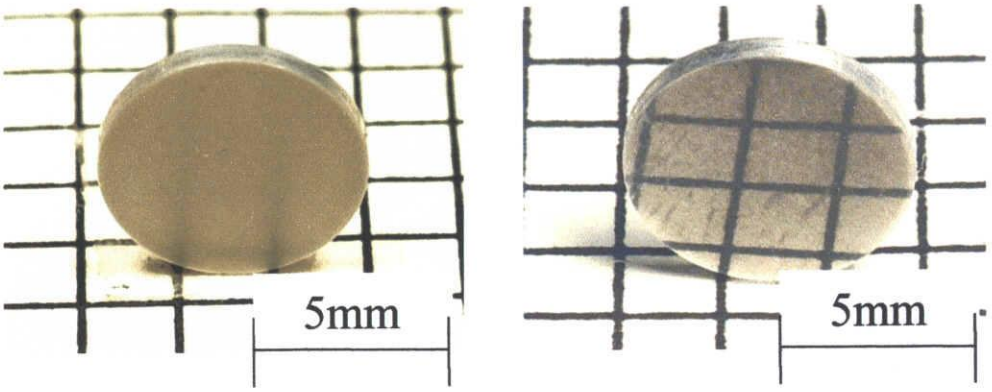
Fig. 3.18 に圧縮前と最も平滑化が進んだe_c=6%に圧縮したアルミニウム引抜き材試験片の外観を示す．圧縮加工により試験片表面が鏡面化された様子が分かる．

Fig. 3.19 に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験前後の試験片表面のR_Zを示す．R_Zの値を見ると，e_c=23%ではe_c=6%よりも大きくなっており，最も平滑化されたe_c=6%のところでR_Z=68nm であった．

Fig. 3.20 に各圧縮率における工具表面のカーボン蒸着膜の剥離面積率γを測定した結果を示す．e_c=6%でも，γ=64%とカーボン膜の剥離が大きく，e_c=23%ではさらに剥離が大きくなっているために平滑化が進まなかったと考えられる．アルミニウム引抜き材試験片は，アルミニウム焼なまし材試験片よりも加工初期の変形抵抗が大きいため，小さな圧縮率でも剥離が進んだと考えられる．

Fig. 3.21 に平均面圧p_{mean}と圧縮率e_cの関係を示す．アルミニウム焼なまし材試験片にお

いてカーボン蒸着膜の剥離が大きい場合よりも平均面圧は小さい．これは，アルミニウム引抜き材試験片は加工初期の変形抵抗が大きいため，加工初期段階でカーボン蒸着膜の剥離が大きくなったことが原因であると考えられる．



(a)圧縮前試験片　　(b)圧縮後試験片(e_c=6%)

Fig. 3.18　圧縮試験前後のアルミニウム引抜き材試験片の外観

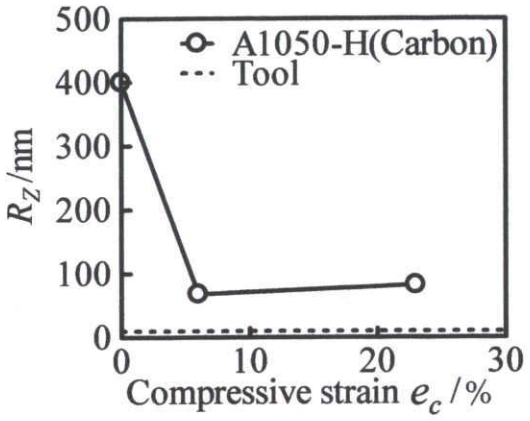


Fig. 3.19　最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

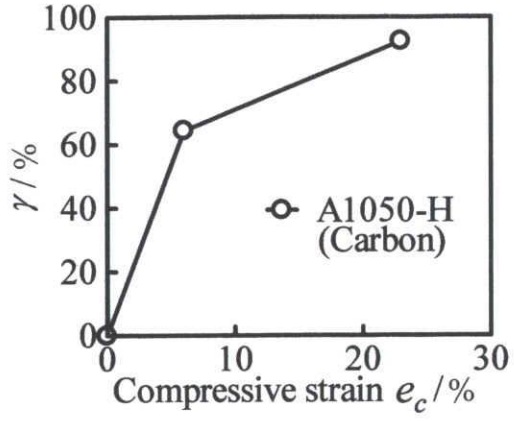


Fig. 3.20　カーボン蒸着膜の剥離面積率γと圧縮率 e_c の関係
(アルミニウム引抜き材試験片)

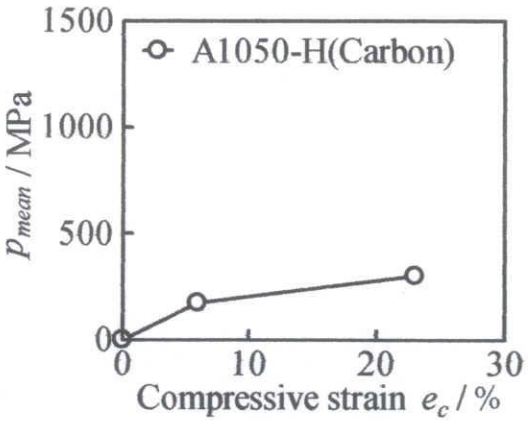


Fig. 3.21　平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

3.3.2　原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

AFM を用いて試験片の局所的な観察を行った．Fig. 3.22 に初期表面の AFM 像を，Fig. 3.23 に最も平滑化が進んだ e_c=6%に圧縮した試験片の AFM 像を示す．アルミニウム引抜き材試験片の場合は測定箇所による表面の様子に大きな違いは見られない．

Fig. 3.24 に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す．最も平滑化されたところで R_{Ze}=51nm(e_c=6%，r=3mm，半径方向)である．R_{Ze} の値は小さくなり，平滑化はされているが，e_c=23%では e_c=6%よりも R_{Ze} が大きくなっている．これはカーボン蒸着膜の剥離面積率が大きいためと考えられる．

Fig. 3.25 に R_{Ze} と測定箇所 r の関係を示す．ばらつきはあるものの，概ね r が大きい外周部ほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られるが，大きな違いはないことが分かる．

Fig. 3.26 に R_{Ze} と測定方向の関係示す．中央部に近い測定箇所 r=1mm でも外周部の測定箇所 r=3mm でも円周方向と半径方向の R_{Ze} の差はほとんど見られない．

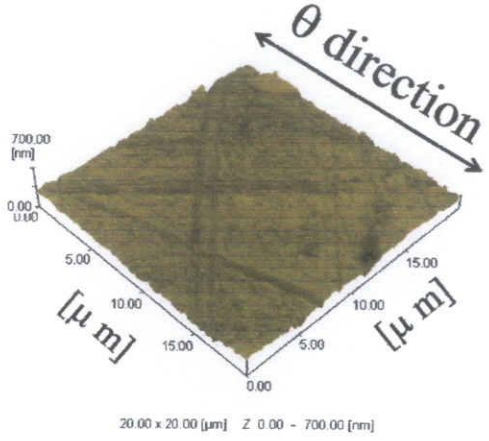
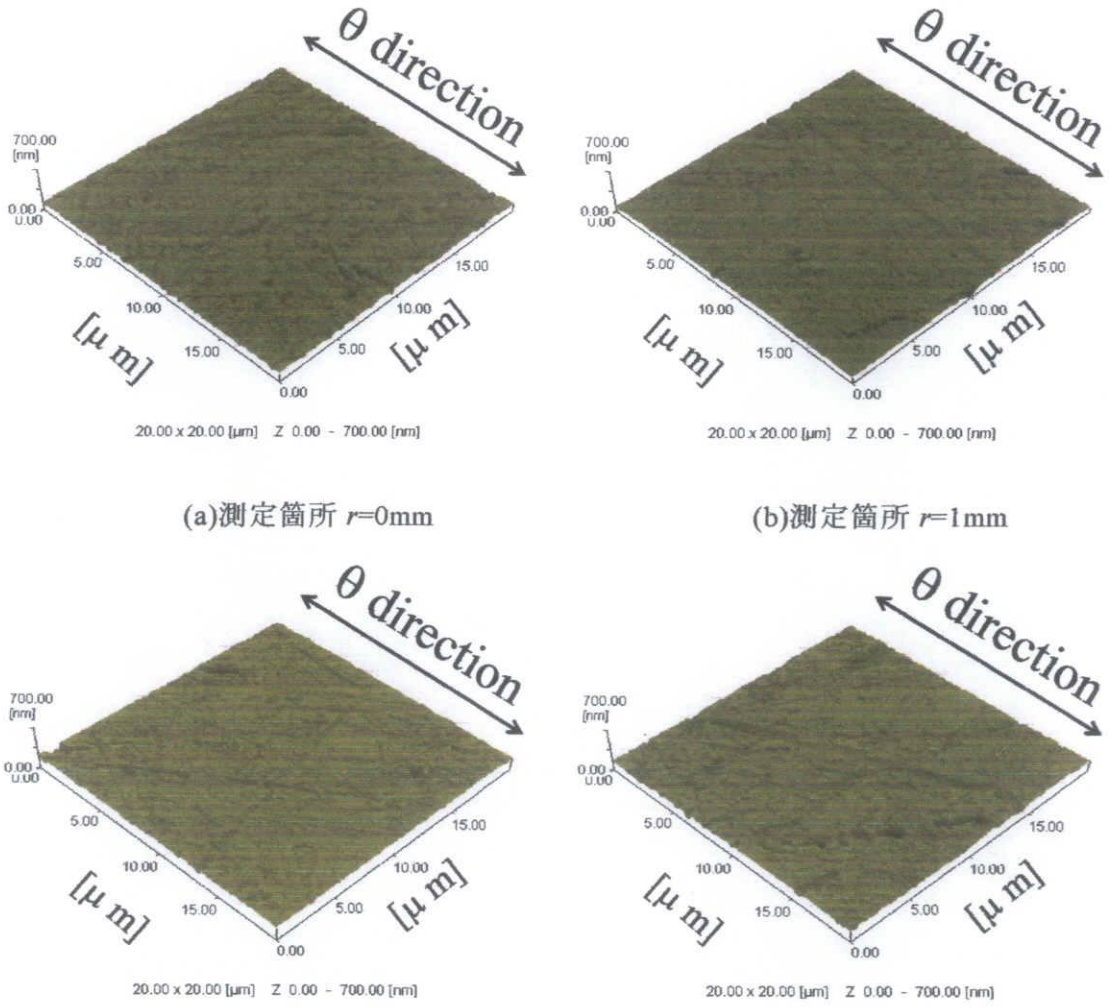


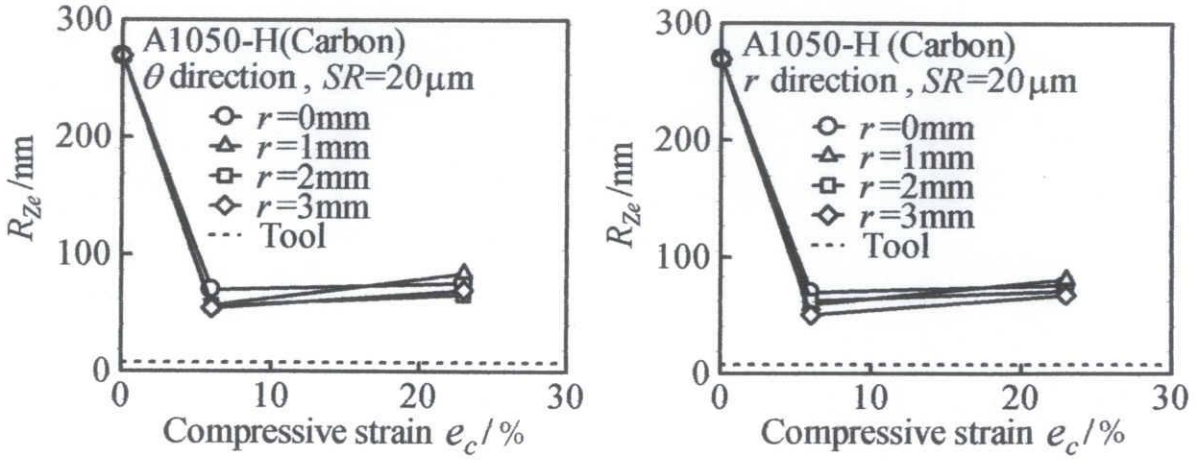
Fig. 3.22　試験片初期表面の AFM 像の例
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=0%，SR=20μm)



(a)測定箇所 r=0mm　　(b)測定箇所 r=1mm

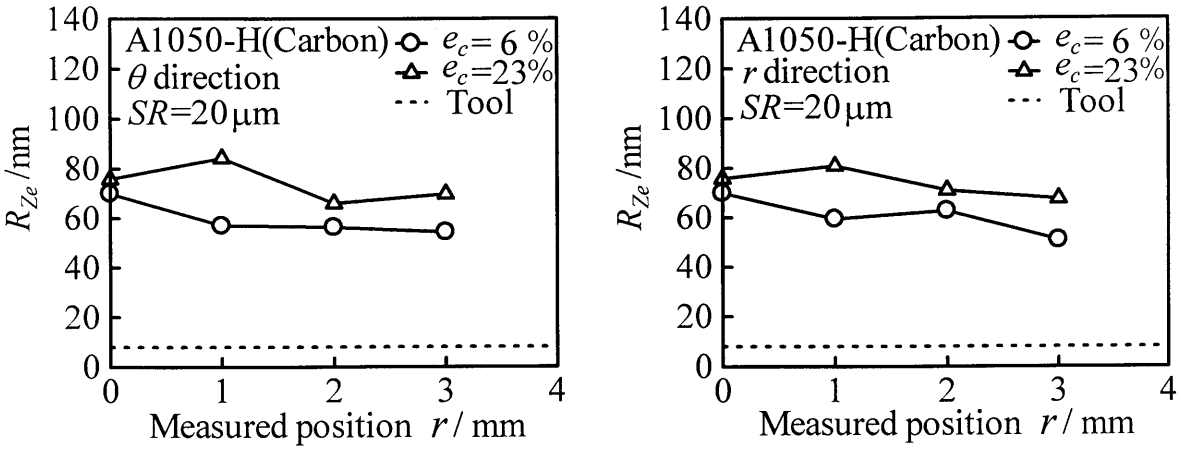
(c)測定箇所 r=2mm　　(d)測定箇所 r=3mm

Fig. 3.23　圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=6%，SR=20μm)



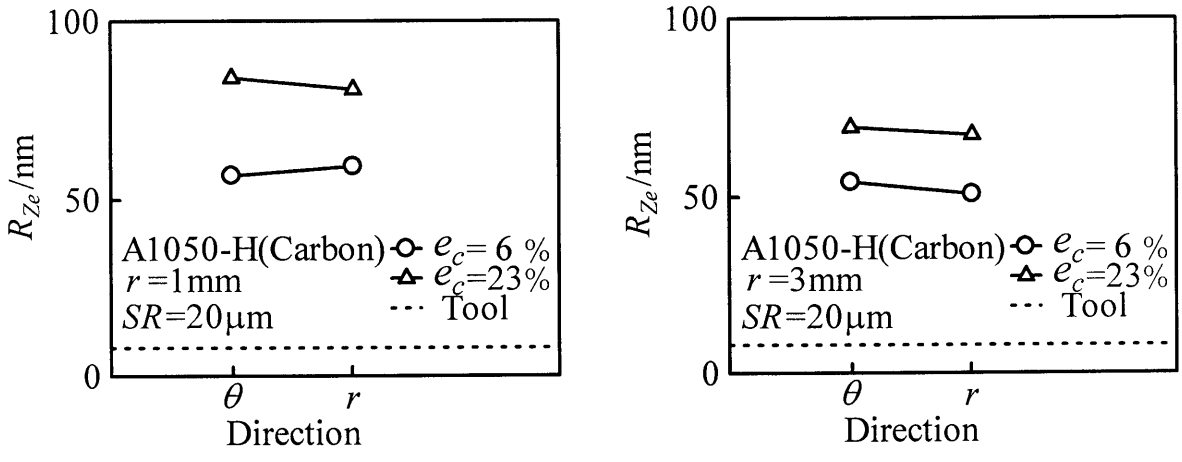
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 3.24　R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 3.25　R_{Ze} と測定箇所 r の関係(アルミニウム引抜き材試験片)



(a)測定箇所 r=1mm　　(b)測定箇所 r=3mm

Fig. 3.26　R_{Ze} と測定方向の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

3.3.3　有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 3.27 にアルミニウム引抜き材試験片の変形の様子を示す．アルミニウム焼なまし材試験片と同様に，中心部の相対すべり量は小さく，外周部ほど相対すべり量が大きくなる傾向があることが分かる．しかし，各実験における最終荷重と一致するように決定した摩擦係数 μは e_c=23%のときの方が大きくなっている．これは，e_c=6%でカーボン膜の剥離が大きく見られ，既に潤滑状態が良くない状態であったにも関わらず，更に圧縮率を大きくしたために工具と試験片との間に金属接触が生じたことによるものと考えられる．

Fig. 3.28 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す．アルミニウム焼なまし材試験片と同様に，中央部である L_S=0mm での面圧が非常に大きいが，わずかでも相対すべりが生じると面圧が小さくなり，L_S が大きいほど面圧が小さくなっていることが分かる．また，圧縮率 e_c が大きくなると面圧が大きくなることも分かる．

Fig. 3.29 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．e_c=6%では相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られるが，e_c=23%では相対すべり量 L_S による R_{Ze} の大きな変化は見られなかった．

Fig. 3.30 に最も平滑化が進んだ e_c=6%に圧縮した試験片における測定方向の違いによる R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．アルミニウム焼なまし材の場合と異なり，R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係は円周方向と半径方向でほとんど変わらなかった．

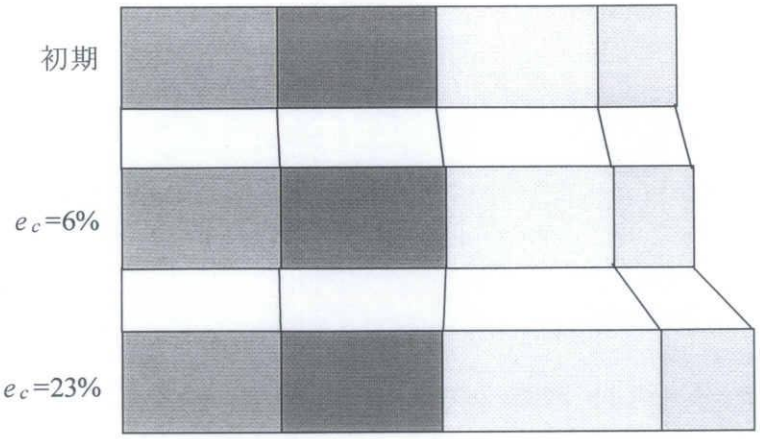


Fig. 3.27　FEM 解析によるアルミニウム引抜き材試験片の変形の様子
(e_c=6%:μ=0.157，e_c=23%:μ=0.285)

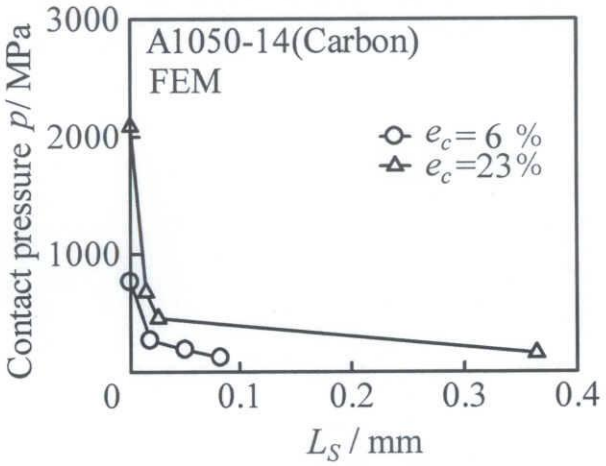


Fig. 3.28　FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム引抜き材試験片)

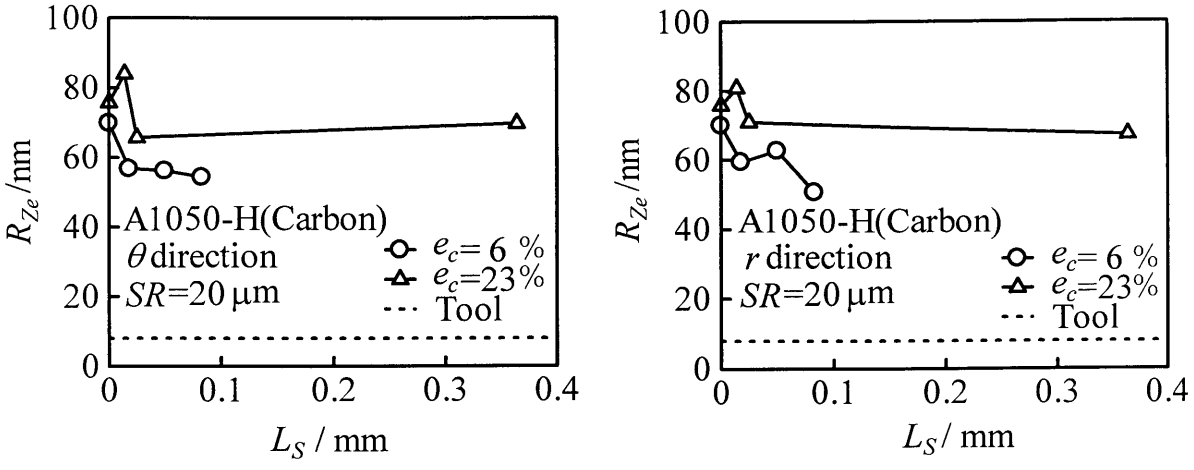


Fig. 3.29　R_{Ze}と相対すべり量L_Sの関係(アルミニウム引抜き材試験片)

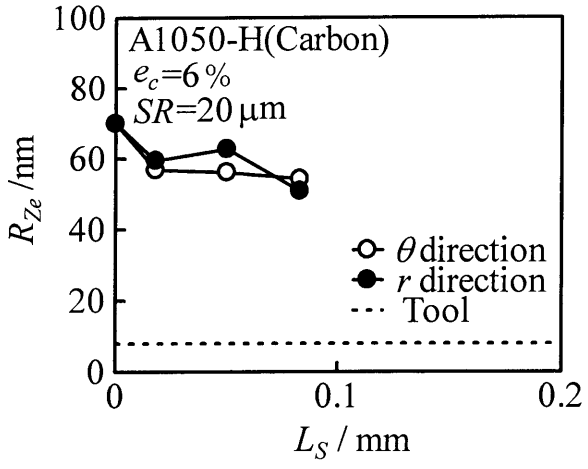


Fig. 3.30　測定方向の違いによるR_{Ze}と相対すべり量L_Sの関係
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=6%)

3.4　材料の違いによる比較

表面にカーボン蒸着を施した圧縮試験工具を用いて，アルミニウム焼なまし材試験片およびアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験を行った結果の比較を行った．

Fig. 3.31 に最大高さ粗さR_Zと圧縮率e_cの関係，Fig. 3.32 に剥離面積率γと圧縮率e_cの関係を示す．Fig. 3.31 より，アルミニウム引抜き材試験片よりもアルミニウム焼なまし材試験片の方が平滑化されているのが分かる．この差は Fig. 3.32 から分かるように，カーボン膜の剥離が原因であると考えられる．

Fig. 3.33 に平均面圧p_{mean}と圧縮率e_cの関係を示す．アルミニウム引抜き材試験片のp_{mean}の方が大きいが，カーボン蒸着膜の剥離面積率ほどの差は見られない．

Fig. 3.34 に AFM 観察の際に最も平滑化が進んでいた測定箇所 r=3mm での半径方向におけるR_{Ze}と圧縮率e_c の関係を示す．この図からもアルミニウム焼なまし材試験片の方が平滑化が進行しているのが分かる．しかし，アルミニウム焼なまし材試験片のγ>40%の場合は，アルミニウム引抜き材と比べても極端に平滑度が低い．これは，大きい圧縮率すなわ

ち大きい加工荷重の下でカーボン蒸着膜の剥離が起き，工具と試験片の間で金属接触が生じたためにアルミニウム引抜き材試験片の場合よりも大きな摩擦力が働き，表面が荒れたためであると考えられる．

また，Fig. 3.35 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す．図より，同程度の圧縮率におけるアルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片では大きな違いは見られなかった．

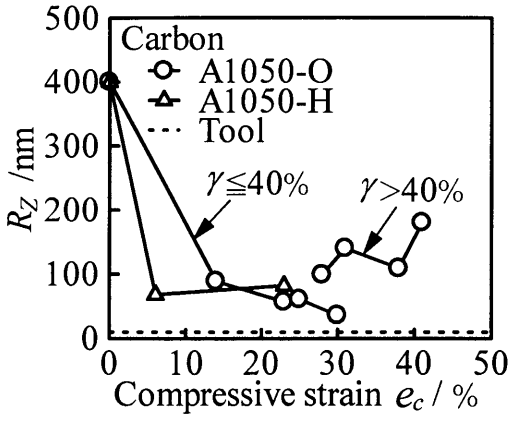


Fig. 3.31　最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(材料の違いによる比較)

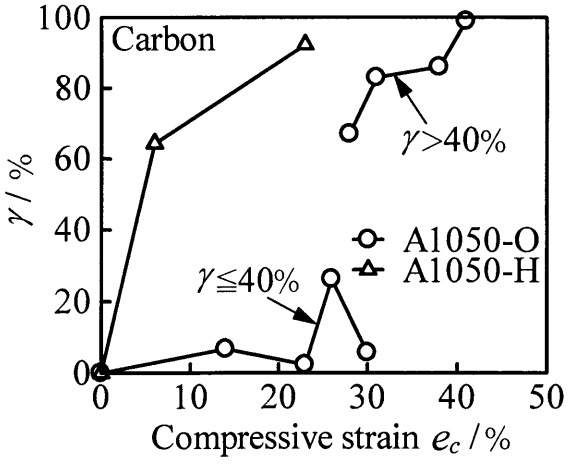


Fig. 3.32　カーボン蒸着膜の剥離面積率γと圧縮率 e_c の関係(材料の違いによる比較)

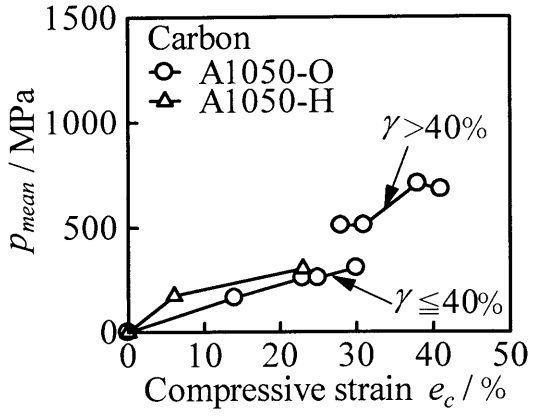


Fig. 3.33　平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係(材料の違いによる比較)

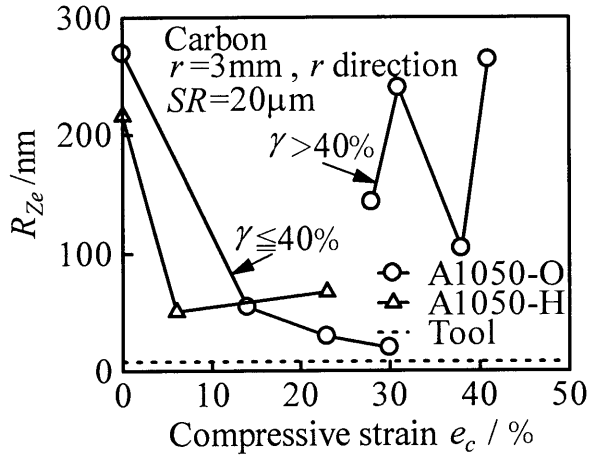


Fig. 3.34　R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(材料の違いによる比較)

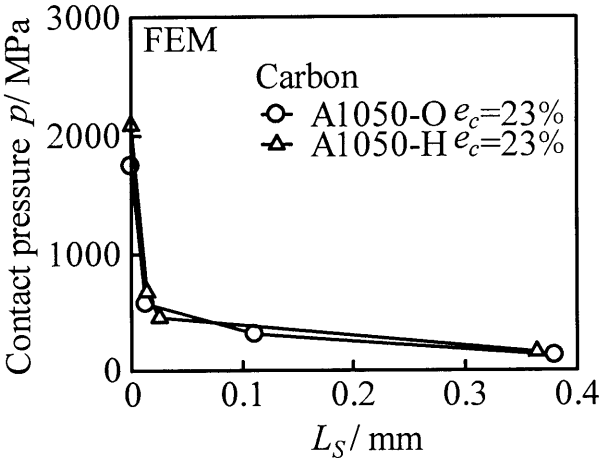


Fig. 3.35　FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係
(材料の違いによる比較)

3.5 本章のまとめ

表面にカーボン蒸着を施した圧縮試験工具を用いて，アルミニウム焼なまし材試験片およびアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験を行った結果を以下に示す．

(1) アルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験

圧縮率が 30%以下でカーボン蒸着膜の剥離面積率が小さい場合($\gamma \leqq 40\%$)は，ナノメートルオーダーの平滑な表面を創成することができ，最も平滑化されたところで R_{Ze}=19nm(e_c=30%，r=3mm，半径方向)であった．相対すべり量が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られたことから，相対すべり量が大きいほど平滑化されることが分かった．また，円周方向よりも半径方向の方が材料流動による平滑効果が大きいことも分かった．

圧縮率が 30%以上でカーボン蒸着膜の剥離面積率が大きい場合($\gamma > 40\%$)は，工具と試験片の間に金属接触が生じて表面が荒れ，平滑化が進まなくなった．剥離面積率が小さい場合とは逆に，外周部ほど R_{Ze} が大きくなっており，材料流動が大きい外周部のほうが中央部よりも平滑効果が小さいことが分かった．これは，潤滑状態が良くないために大きな摩擦力を受けた状態で材料流動が進んだためと考えられる．また，材料流動による円周方向と半径方向の平滑効果の違いはほとんどみられなかった．

圧縮率 e_c=30%，平均面圧 p_{mean}=500MPa 程度以上でカーボン蒸着膜の剥離が大きくなり，平滑化が進まなくなることが分かった．

(2) アルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験

アルミニウム引抜き材試験片は，アルミニウム焼なまし材試験片よりも加工初期の変形抵抗が大きいために e_c=6%においても，γ=73%とカーボン蒸着膜の剥離が大きく，e_c=23%ではさらに剥離が大きくなったので，平滑化が進まなかったと考えられる．最も平滑化されたところで R_{Ze}=51nm(e_c=6%，r=3mm，半径方向)であった．e_c=6%では相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られるが，e_c=23%では相対すべり量 L_S による R_{Ze} の大きな変化は見られなかった．また，材料流動による円周方向と半径方向の平滑効果の違いもほとんどみられなかった．

(3) 材料の違いによる比較

アルミニウム引抜き材試験片よりもアルミニウム焼なまし材試験片の方が平滑化が進んだ．これはアルミニウム引抜き材試験片の方が加工初期の変形抵抗が大きく，加工初期にカーボン蒸着膜の剥離が大きくなったことが原因であると考えられる．

第 4 章　菜種油を用いた圧縮加工による平滑化挙動

圧縮試験工具の表面にカーボン蒸着を施した場合の圧縮試験では，カーボン膜の剥離が大きくなると潤滑状態が悪化して平滑化が進まなくなった．そこで，本章では工具表面の処理方法の変更を試み，工具表面に液体潤滑剤として菜種油を塗布することで工具と試験片表面の間の金属接触を避け，超平滑な表面を持った加工品を創成することを目的として，アルミニウム焼なまし材およびアルミニウム引抜き材の圧縮加工を行った結果を示す．
なお，結果の整理においては第 3 章と同様に，表面粗さ計による最大高さ粗さ R_Z の測定，AFM による試験片表面の観察，FEM 解析による変形シミュレーションを行い，超平滑面の創成挙動について検討した．

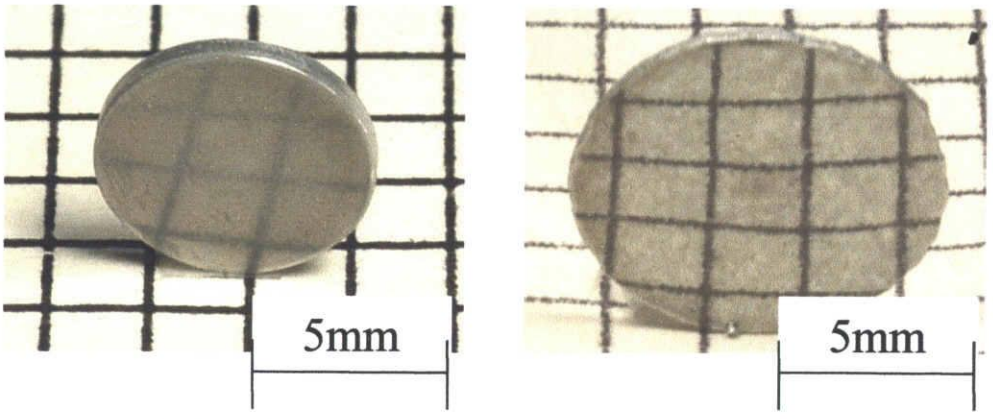
4.1　アルミニウム焼なまし材(A1050-O)の圧縮加工による平滑化挙動

4.1.1　圧縮率と表面粗さの関係

アルミニウム焼なまし材試験片においては，工具表面に菜種油を出来る限り薄く均一に塗布するために希釈率 0.25vol%に希釈した菜種油を工具表面に塗布した場合と，希釈していない菜種油を工具表面に塗布した場合で圧縮試験を行い，両者の違いについても調査した．

Fig. 4.1 に圧縮前と最も平滑化が進んだ希釈した菜種油を用いて圧縮率 e_c=48%圧縮したアルミニウム引抜き材試験片の外観を示す．圧縮加工により試験片表面が鏡面化された様子が分かる．

Fig. 4.2 に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験前後の試験片表面の最大高さ粗さ R_Z を示す．希釈した菜種油を用いた場合は e_c が大きくなるに従って R_Z が小さくなっており，e_c＞30%においても平滑化が進んでいることから，カーボン蒸着工具を用いた場合よりも大きな e_c でも試験片表面が荒れずに平滑化されることが分かる．また，希釈していない菜種油を用いた場合は e_c≒20%程度までは平滑化が進むが，それ以上 e_c が大きくなると表面が荒れて平滑効果が小さくなっている．希釈していない菜種油を用いたときに平滑化が進まなかった原因としては，菜種油が工具と試験片の間に多く閉じ込められたことによって大きなオイルピットが出来たためであると考えられる．



(a)圧縮前試験片　　(b)圧縮後試験片(e_c=48%)

Fig. 4.1　圧縮試験前後のアルミニウム焼なまし材試験片の外観

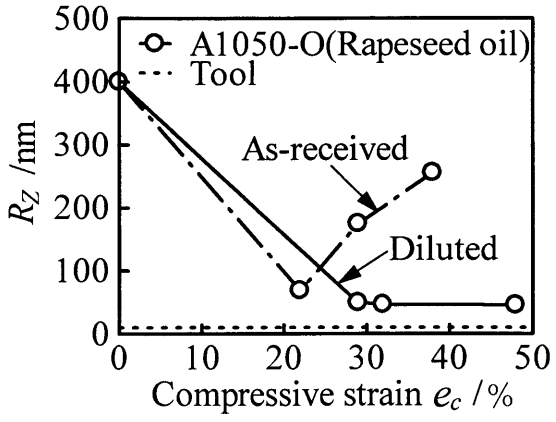


Fig. 4.2　最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

4.1.2　原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

AFM を用いて試験片の局所的な観察を行った．Fig. 4.3 に初期表面の AFM 像を，Fig. 4.4 に最も平滑化が進んだ希釈した菜種油を用いて e_c=48%に圧縮した試験片の AFM 像を示す．中央部に位置する測定箇所 r=0mm では表面が粗くなっているが，その他の測定箇所では表面の様子に大きな違いは見られない．また，カーボン蒸着工具を用いた場合のような顕著な材料流動も見られない．

Fig. 4.5 に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す．希釈した菜種油を用いた場合では，e_c=32%の r=0mm を除き，おおむね e_c が大きくなるほど R_{Ze} は小さくなっており，平滑化が進んでいる．しかし，e_c=29%より e_c を大きくしても平滑化が大きく進むことはなかった．最も平滑化されたところで R_{Ze}=78nm(e_c=48%, r=3mm, 半径方向)である．また，e_c=32%の r=0mm を除けば各圧縮率において測定箇所による平滑効果の違いは見られない．希釈していない菜種油を用いた場合では，e_c≒20%程度までは平滑化が進むが，それ以降は e_c が大きくなるほど R_{Ze} は大きくなっており，特に e_c=38%では中央部付近の r=0mm と r=1mm において表面が粗くなっていることが分かる．これは，菜種油が工具と試験片の間の中央付近に多く閉じ込められたことによって大きなオイルピットが出来たためであると考えられる．

Fig. 4.6 にアルミニウム焼なまし材試験片における最大高さ粗さ R_Z と R_{Ze} の関係を示す．R_Z を求める際には触新式表面粗さ計で試験片の中心付近計っているので，比較する R_{Ze} は測定箇所 r=0mm の半径方向のものとした．カーボン蒸着工具を用いた場合には R_Z と R_{Ze} がほぼ同じ値であるが，菜種油を塗布した工具を用いた場合には R_{Ze} よりも R_Z の方が小さい値となっている．ここで，Fig. 4.7 に示した AFM 画像から得た中心付近の断面曲線の例から，菜種油を塗布した工具を用いた場合にオイルピットと思われる深い溝が見られる．溝の間隔はおよそ 0.5μm であるが，触針式表面粗さ計の先端半径は 2～10μm であるために触新式表面粗さ計では断面曲線に見られるような幅の小さい溝は測定できていないと考えられ，そのために Fig. 4.6 に見られたように R_{Ze} よりも R_Z の方が小さい値になるという現象が起きたのだと考えられる．また，この現象は Fig. 4.2 に示す菜種油を用いた場合のアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験においても同様に見られた．

Fig. 4.8 と Fig. 4.9 に R_{Ze} と測定箇所 r の関係を示す．Fig. 4.8 は希釈していない菜種油を

用いた場合，Fig. 4.9 は希釈した菜種油を用いた場合である．どちらの図においても，圧縮率が小さい場合は測定箇所による違いはあまり見られないが，圧縮率が大きくなると中央部の R_{Ze} が大きくなっている．これは，面圧が高い中央部ほど大きなオイルピットが形成されているためではないかと考えられる．

Fig. 4.10 と Fig. 4.11 に R_{Ze} と測定方向の関係を示す．Fig. 4.10 は希釈していない菜種油を用いた場合，Fig. 4.11 は希釈した菜種油を用いた場合である．Fig. 4.10 より，希釈していない菜種油を用いた場合では，中央部に近い測定箇所 r=1mm と外周部の測定箇所 r=3mm のどちらの測定箇所においても円周方向と半径方向の差はほとんど見られない．また，Fig. 4.11 より，希釈した菜種油を用いた場合では，中央部に近い測定箇所 r=1mm においては円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが，外周部の測定箇所 r=3mm においては e_c=32%の場合を除くと円周方向よりも半径方向の R_{Ze} の値が小さくなっており，潤滑状態が良いときはカーボン蒸着工具の場合と同様に材料流動が大きいところで半径方向の方がより平滑化される傾向がみられる．

[illegible]

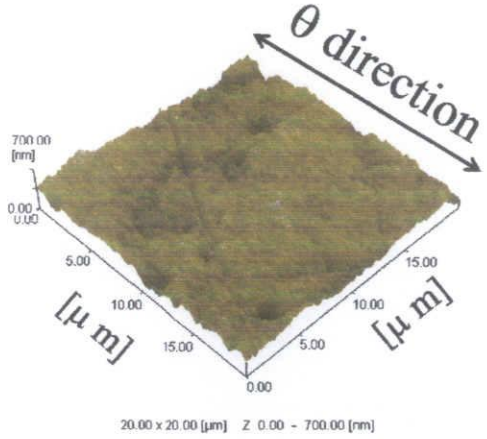
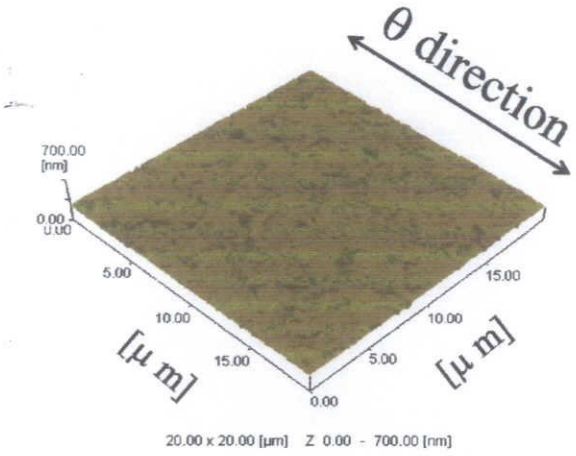
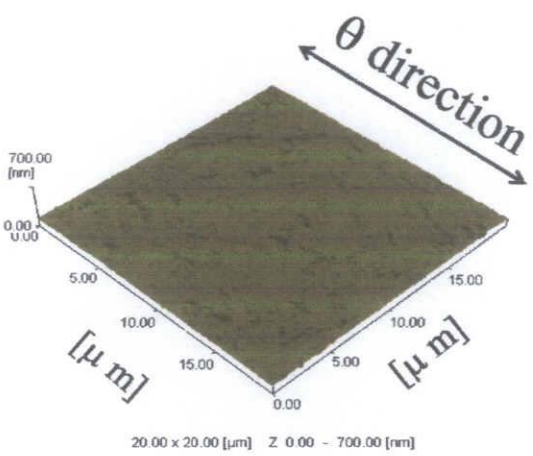


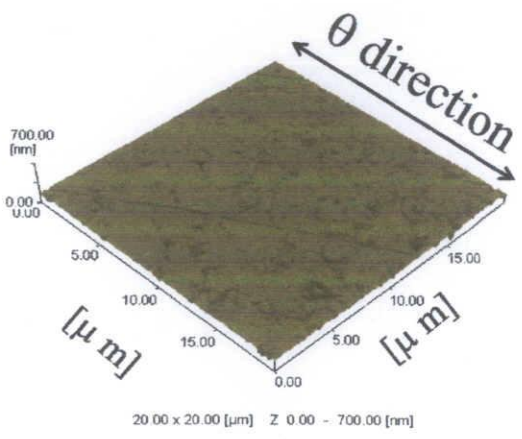
Fig. 4.3　試験片初期表面の AFM 像の例
(アルミニウム焼なまし材試験片，e_c=0%，SR=20μm)



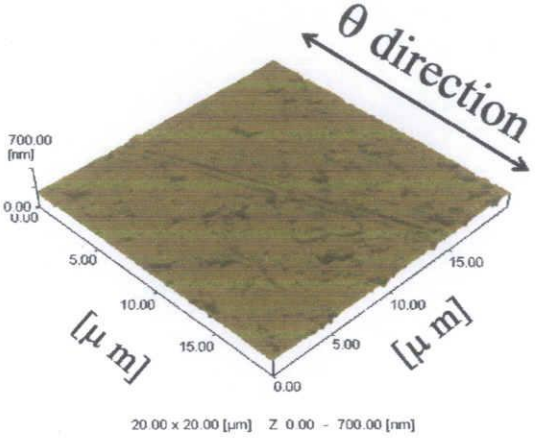
(a)測定箇所 r=0mm



(b)測定箇所 r=1mm

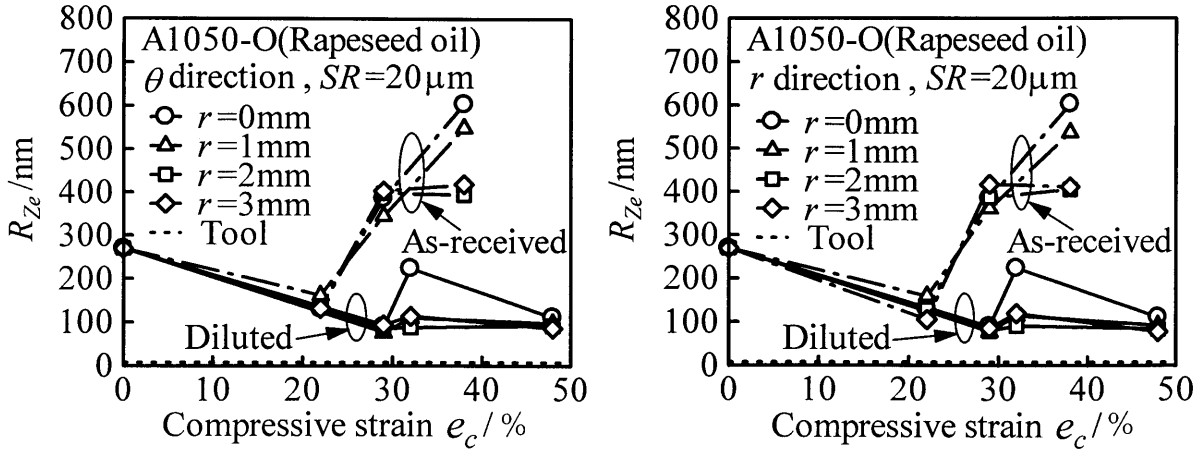


(c)測定箇所 r=2mm



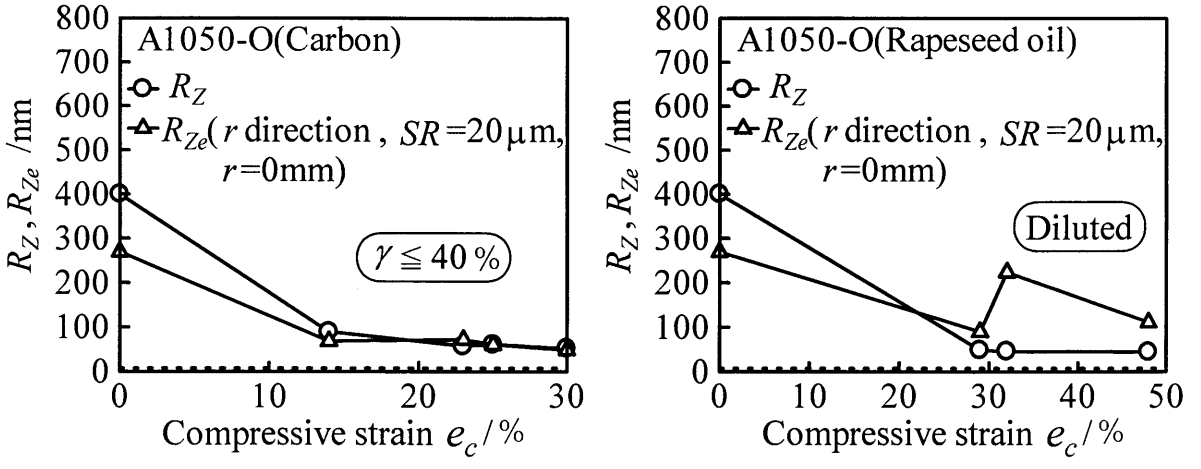
(d)測定箇所 r=3mm

Fig. 4.4　圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈した菜種油，e_c=48%，SR=20μm)



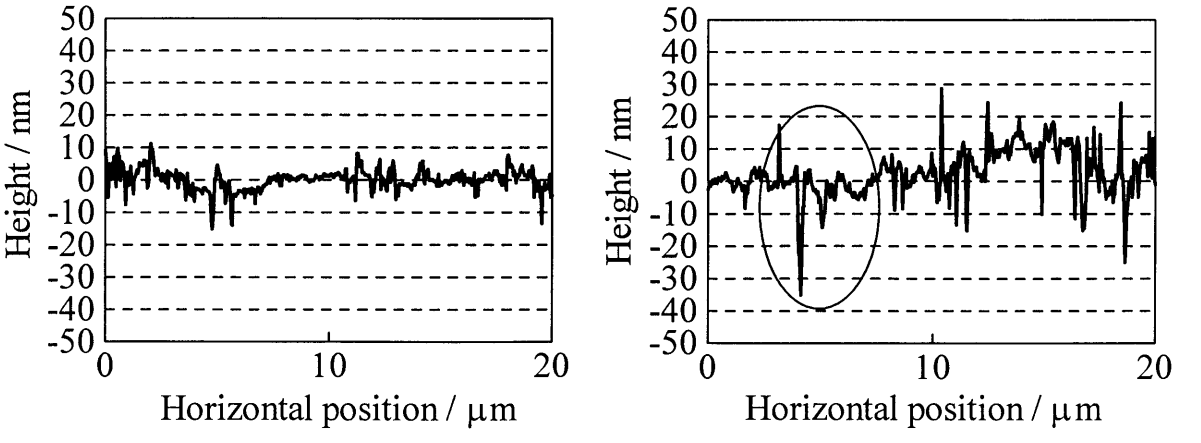
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.5　R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)



(a)カーボン蒸着工具を用いた場合　　(b)菜種油を塗布した工具を用いた場合

Fig. 4.6　最大高さ粗さ R_Z と R_{Ze} の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

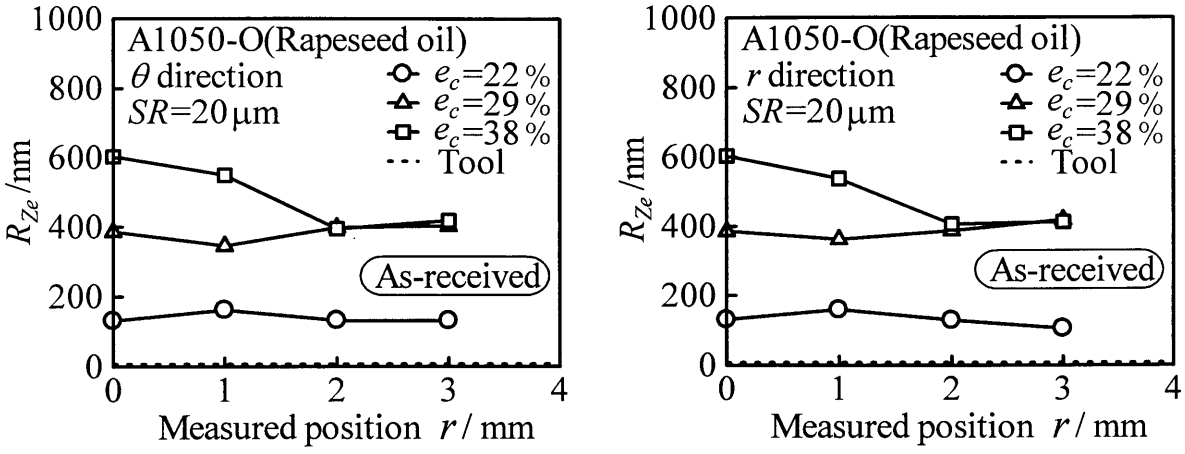


(a)カーボン蒸着工具を用いた場合　　(b)菜種油を塗布した工具を用いた場合

(e_c=25%, r=0mm, 半径方向)　　(e_c=45%, r=0mm, 半径方向)

Fig. 4.7　AFM 画像から得た断面曲線の例(アルミニウム焼なまし材試験片, SR=20μm)

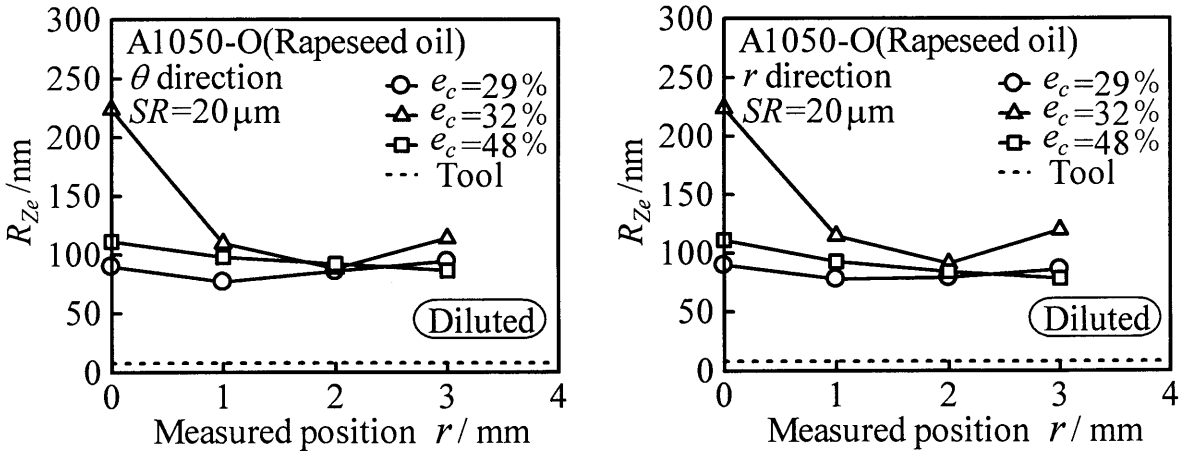
東京大学大学院　工学研究科



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.8　R_{Ze}と測定箇所 r の関係

(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈していない菜種油)

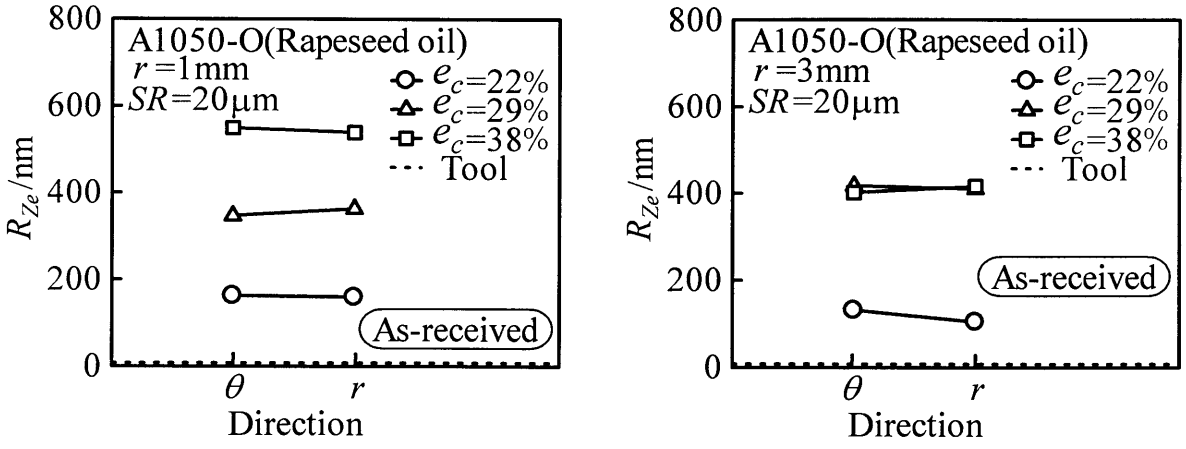


(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.9　R_{Ze}と測定箇所 r の関係

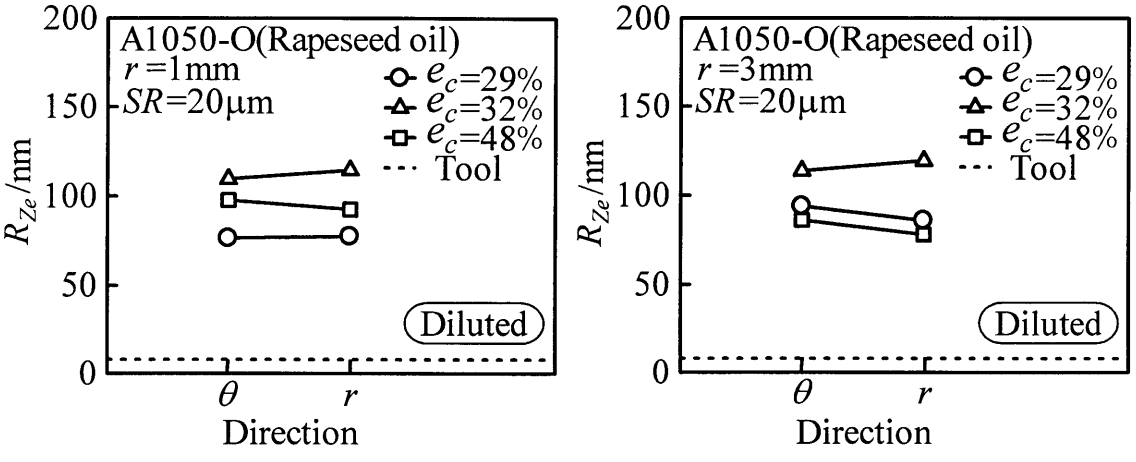
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈した菜種油)

[illegible]



(a)測定箇所 r=1mm　　(b)測定箇所 r=3mm

Fig. 4.10　R_{Ze}と測定方向の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈していない菜種油)



(a)測定箇所 r=1mm　　(b)測定箇所 r=3mm

Fig. 4.11　R_{Ze}と測定方向の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈した菜種油)

4.1.3　有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 4.12 に菜種油を希釈していない場合と希釈した場合におけるアルミニウム焼なまし材試験片の変形の様子を示す．カーボン蒸着工具を用いたときよりも，中心部の相対すべり量が大きいことが分かる．また，各実験における最終荷重と一致するように決定した摩擦係数μは，希釈していない菜種油を用いた場合では圧縮率が大きいほど摩擦係数が小さく，潤滑状態が良いことが分かる．

Fig. 4.13 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す．中央部である L_S=0mm での面圧が非常に大きいが，わずかでも相対すべりが生じると面圧が小さくなっていることが分かる．希釈した菜種油を用いた場合では，e_c が大きくなるにつれて p も大きくなっている．しかし，希釈していない菜種油を用いた場合では，e_c が大きくなっても p はあまり変わらない．

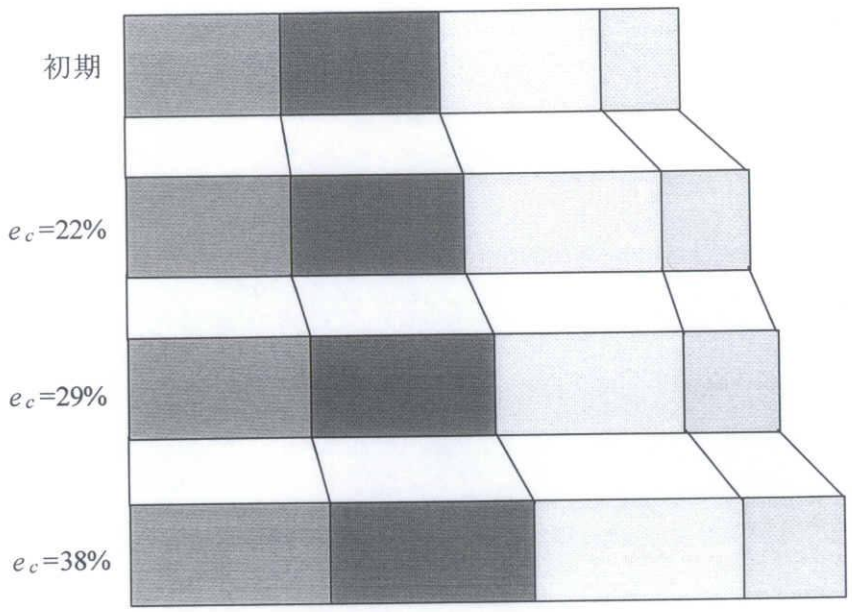
Fig. 4.14 と Fig. 4.15 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．Fig. 4.14 は希釈していない

[illegible]

菜種油を用いた場合, Fig. 4.15 は希釈した菜種油を用いた場合である. それぞれの図より, オイルピットが出来やすい圧縮率が大きい場合の中心付近では R_{Ze} が大きいが, それ以外では相対すべり量 L_S の違いによる R_{Ze} に大きな違いは見られない.

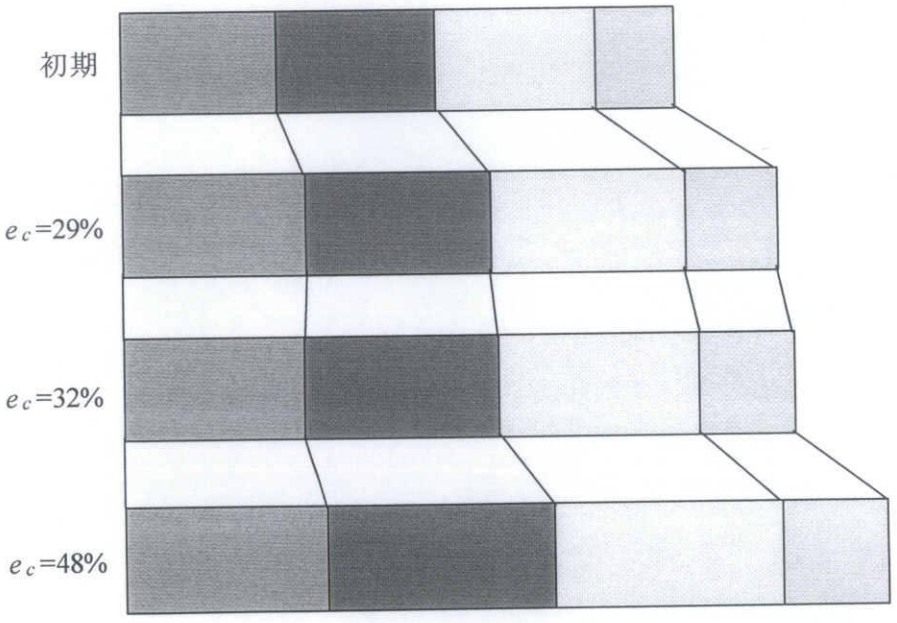
Fig. 4.16 に最も平滑化が進んだ希釈した菜種油を用いて e_c=48%に圧縮した試験片の測定箇所 r=3mm おける測定方向の違いによる R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す. 円周方向と半径方向のどちらにおいても相対すべり量の増加に伴って平滑化が進んでいることが分かる. また, 僅かながら円周方向より半径方向の方が平滑化が進んでおり, 半径方向の方が材料流動による平滑効果がより大きいことが分かる.

[illegible]



(a)希釈していない菜種油

(e_c=22%:μ=0.261，e_c=29%:μ=0.121，e_c=38%:μ=0.063)



(b)希釈した菜種油

(e_c=29%:μ=0.138，e_c=32%:μ=0.145，e_c=48%:μ=0.132)

Fig. 4.12　FEM 解析によるアルミニウム焼なまし材試験片の変形の様子

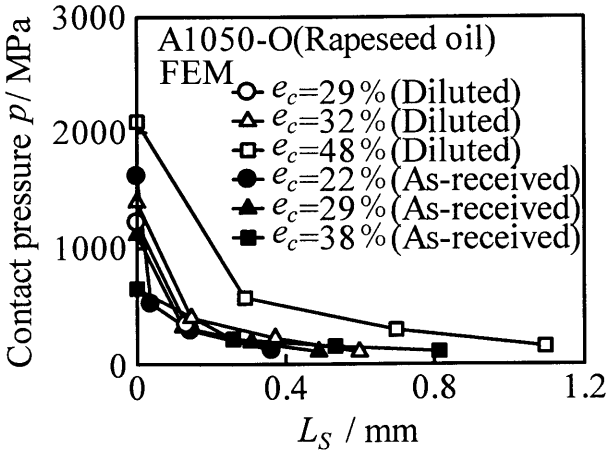
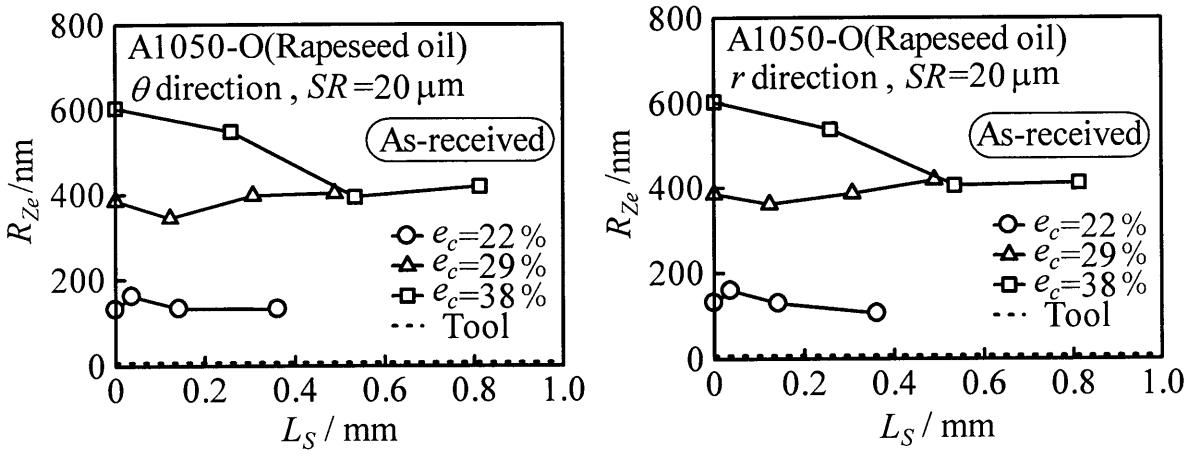
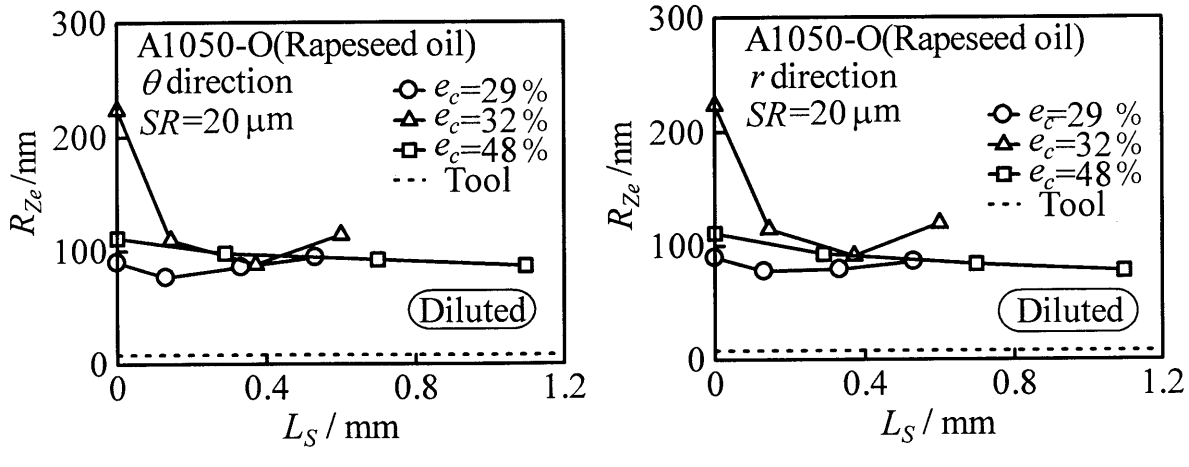


Fig. 4.13　FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.14　R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈していない菜種油)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.15　R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈した菜種油)

東京大学大学院　工学研究科

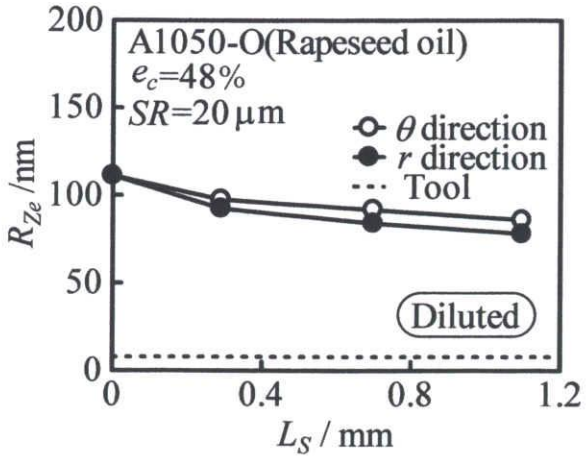


Fig. 4.16　測定方向の違いによる R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈した菜種油，e_c=48%)

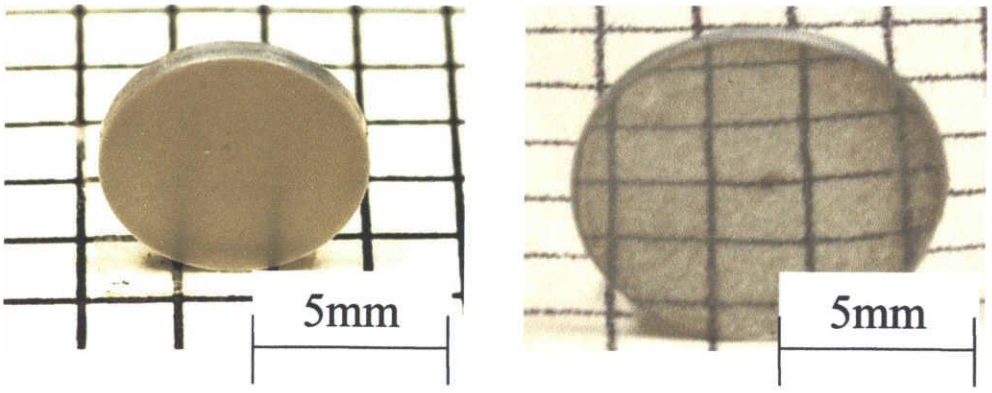
4.2　アルミニウム引抜き材(A1050-H)の圧縮加工による平滑化挙動

4.2.1　圧縮率と表面粗さの関係

アルミニウム焼なまし材試験片の結果から希釈していない菜種油を用いた圧縮試験では平滑化が進まないことが分かったので，アルミニウム引抜き材の圧縮試験においては希釈した菜種油のみを用いた．

Fig. 4.17 に圧縮前と最も平滑化が進んだ e_c=45%に圧縮したアルミニウム引抜き材試験片の外観を示す．圧縮加工により試験片表面が鏡面化された様子が分かる．

Fig. 4.18に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験前後の試験片表面の R_Z を示す．カーボン蒸着工具を用いた場合よりも大きな e_c でも平滑化され，圧縮率が大きくなるに従って平滑化が進んでいるのが分かる．



(a)圧縮前の試験片　　(b)圧縮後試験片(e_c=45%)

Fig. 4.17　圧縮前後のアルミニウム引抜き材試験片の外観

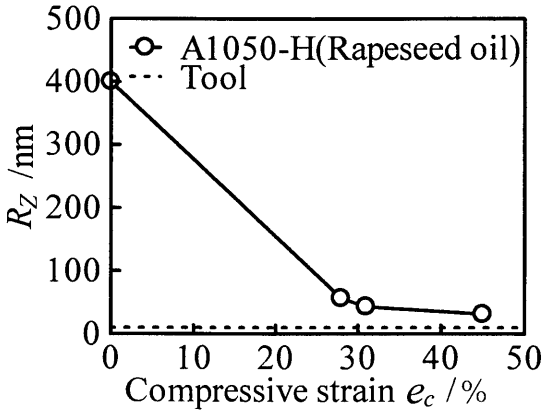


Fig. 4.18　最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

4.2.2　原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

AFM を用いて試験片の局所的な観察を行った．Fig. 4.19 に初期表面の AFM 像を示す．Fig. 4.20 に最も平滑化が進んだ e_c=45%に圧縮した試験片の AFM 像を示す．測定箇所に関わらずほぼ一様な状態であることが分かる．また，僅かながら測定箇所 r=2mm と r=3mm において半径方向への材料流動が見られる．

Fig. 4.21 に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す．最も平滑化されたところで R_{Ze}=54nm(e_c=45%，r=3mm，半径方向)である．e_c が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなり，平滑化が進んでいるが，e_c を大きくしてもカーボン蒸着工具を用いてアルミニウム焼なまし材試験片を圧縮した場合の平滑度を上回ることは出来なかった．これは，希釈した菜種油を用いても微小なオイルピットが出来ることを避けられなかったためであると考えられる．

Fig. 4.22 に R_{Ze} と測定箇所 r の関係を示す．e_c=28%と圧縮率の小さいところでは測定箇所による違いはあまり見られないが，圧縮率が大きいと r が大きい外周部ほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られる．

Fig.4.23 に R_{Ze} と測定方向の関係示す．中央部に近い測定箇所 r=1mm では，円周方向と半径方向の R_{Ze} の差はほとんど見られないが，外周部の測定箇所 r=3mm では半径方向の R_{Ze} が小さくなる傾向が見られる．

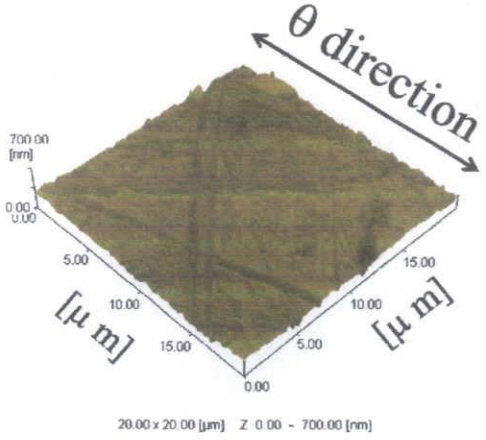
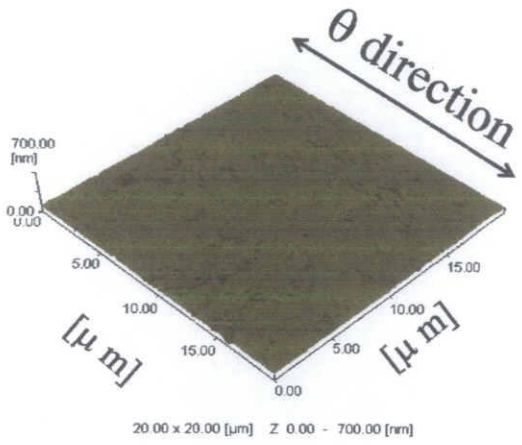
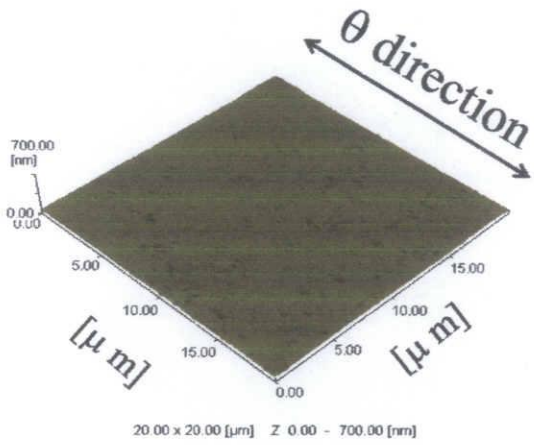


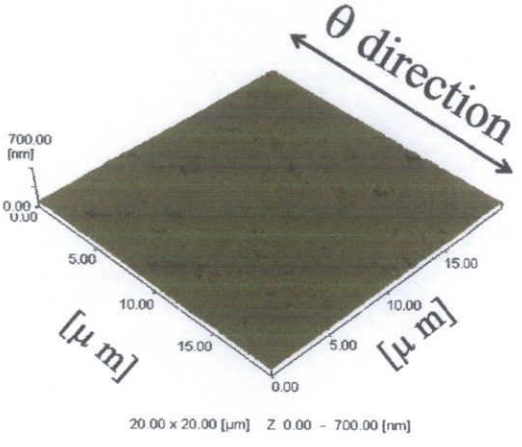
Fig. 4.19　試験片初期表面の AFM 像の例
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=0%，SR=20μm)



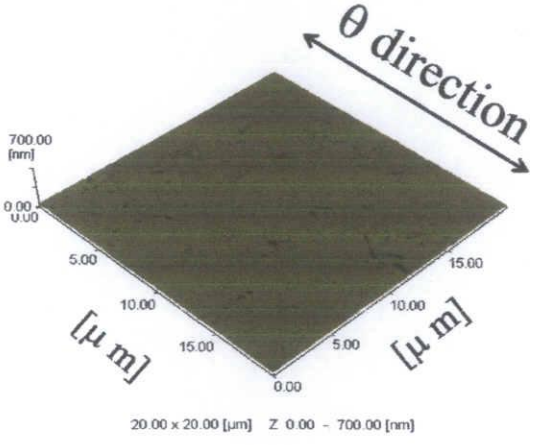
(a)測定箇所 r=0mm



(b)測定箇所 r=1mm

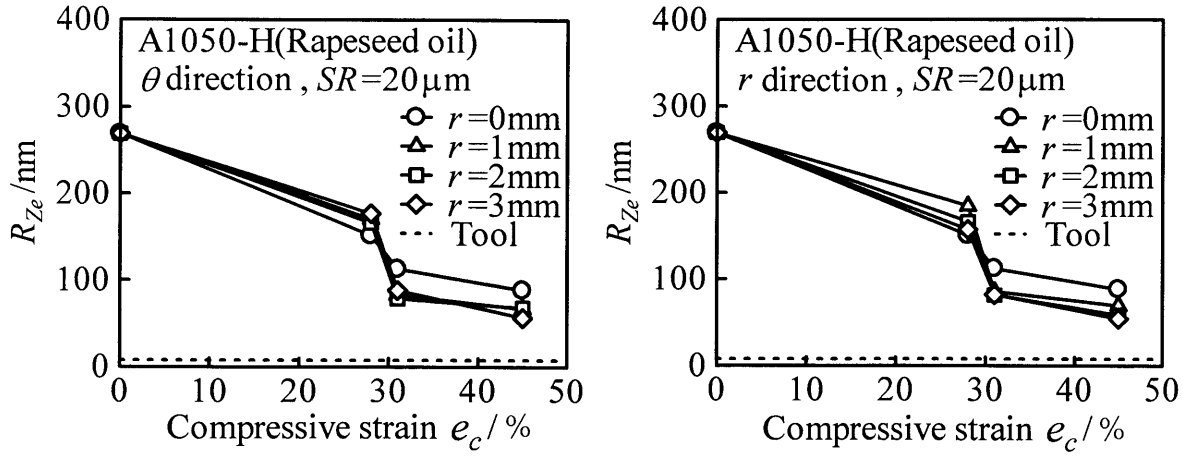


(c)測定箇所 r=2mm



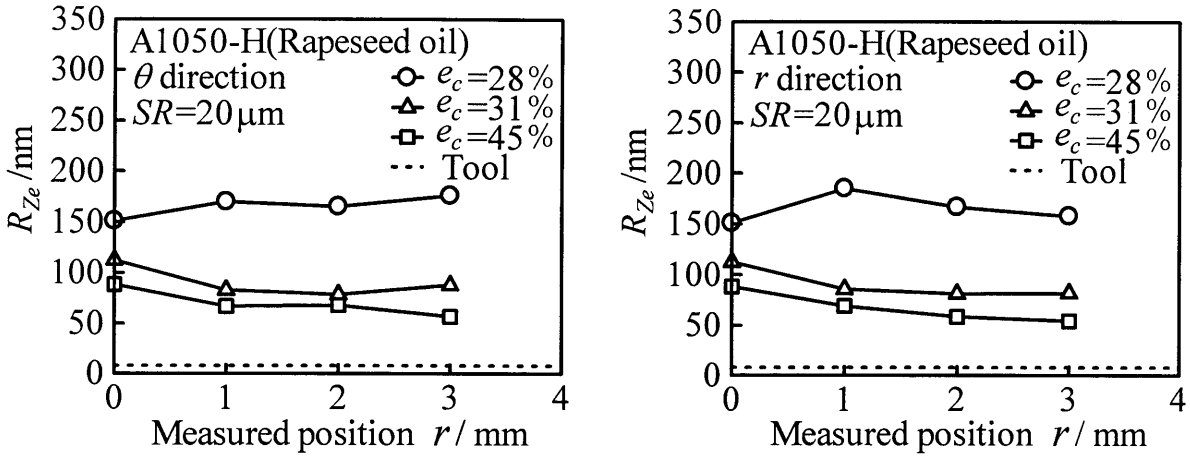
(d)測定箇所 r=3mm

Fig. 4.20　圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=45%，SR=20μm)



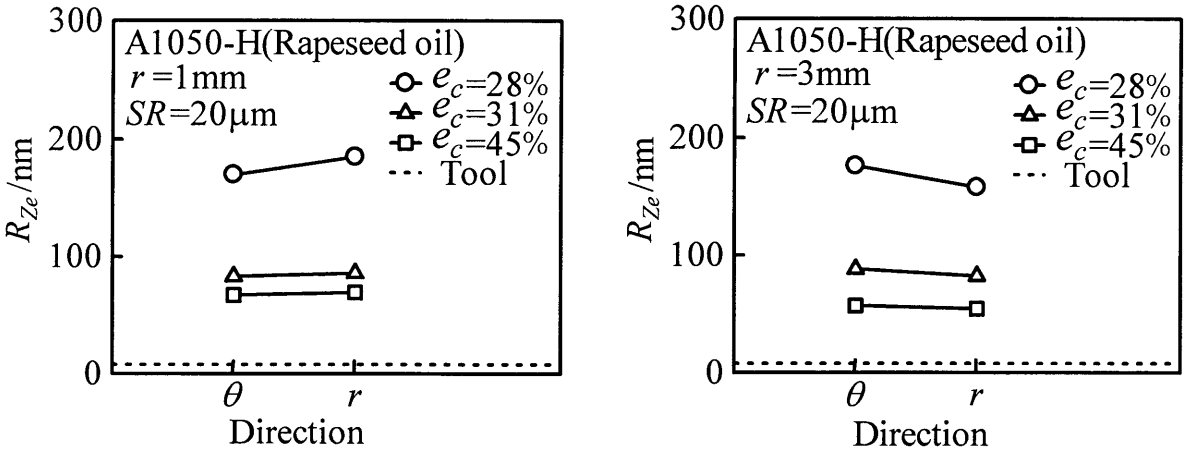
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.21　R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 4.22　R_{Ze} と測定箇所 r の関係(アルミニウム引抜き材試験片)



(a)測定箇所 r=1mm　　(b)測定箇所 r=3mm

Fig. 4.23　R_{Ze} と測定方向の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

工学研究科

4.2.3 有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 4.24 にアルミニウム引抜き材試験片の変形の様子を示す．菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片と同様に，カーボン蒸着工具を用いたときよりも中心部の相対すべり量が大きくなっている．また，各実験における最終荷重と一致するように決定した摩擦係数μは，同程度の値であるため各実験における潤滑状態はほぼ同じであると考えられる．

Fig. 4.25 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す．中央部である L_S=0mm での面圧が非常に大きいが，わずかでも相対すべりが生じると面圧が小さくなり，L_S が大きいほど面圧が小さくなっていることが分かる．また，圧縮率 e_c が大きくなると面圧が大きくなることも分かる．

Fig. 4.26 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．e_c=45%の半径方向においては相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られるが，その他の場合では相対すべり量 L_S による R_{Ze} の大きな変化は見られない．

Fig. 4.27 に最も平滑化が進んだ e_c=45%に圧縮した試験片における測定方向の違いによる R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係を示す．L_S が大きいところでは円周方向よりも半径方向の方が R_{Ze} が小さくなり，平滑効果が大きくなる傾向が見られる．

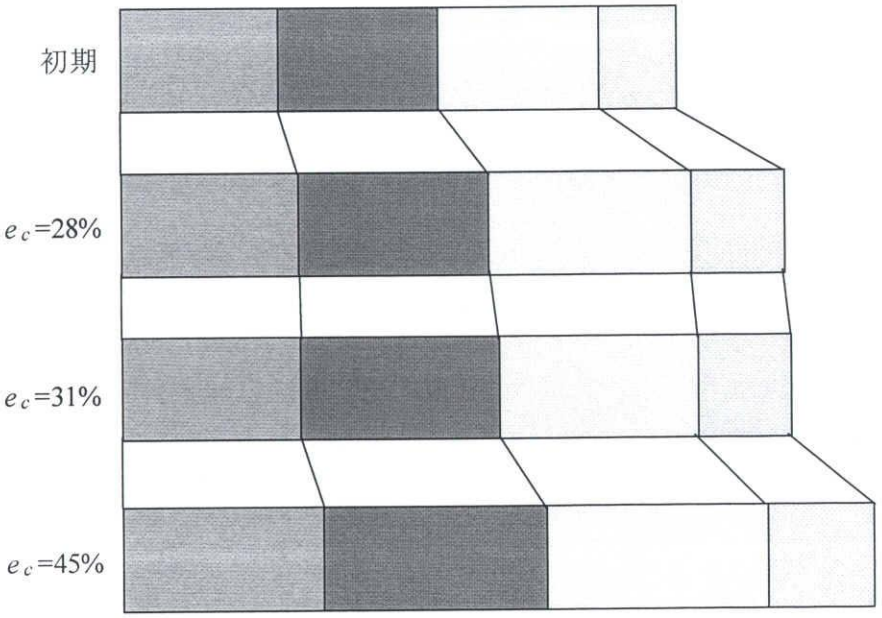


Fig. 4.24　FEM 解析によるアルミニウム引抜き材試験片の変形の様子
(e_c=28%:μ=0.124，e_c=31%:μ=0.145，e_c=45%:μ=0.111)

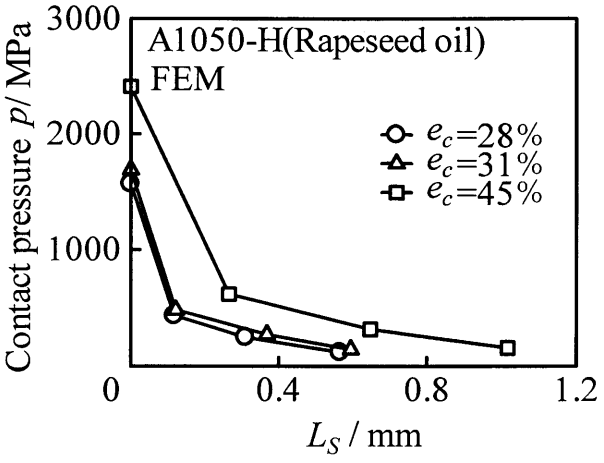


Fig. 4.25　FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム引抜き材試験片)

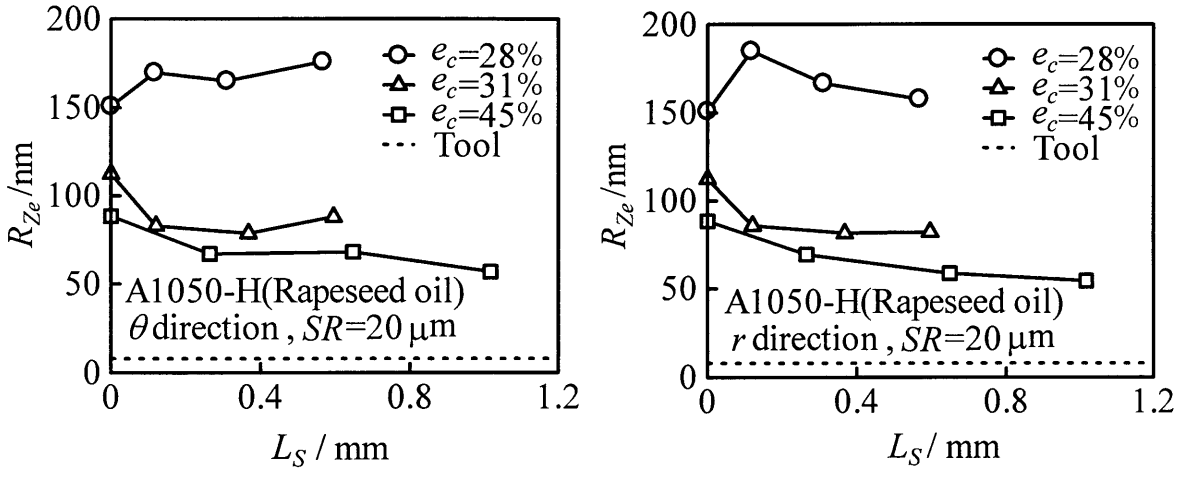


Fig. 4.26　R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

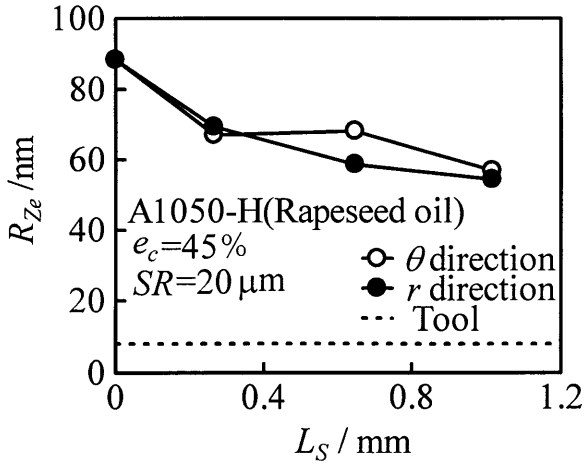


Fig. 4.27　測定方向の違いによる R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係
(アルミニウム引抜き材試験片，e_c=45%)

東京大学大学院　工学研究科

4.3 材料の違いによる比較

液体潤滑剤として表面に菜種油を塗布した圧縮試験工具を用いて，アルミニウム焼なまし材とアルミニウム引抜き材の圧縮試験を行った結果の比較を行った．

Fig. 4.28 に希釈した菜種油を用いた場合の AFM 観察の際に最も平滑化が進んでいた測定箇所 r=3mm での半径方向における R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す．e_c が大きくなるに従って R_{Ze} が小さくなっており，カーボン蒸着工具を用いた場合とは異なり，焼なまし材試験片と引抜き材試験片の間に大きな違いは見られない．

また，Fig. 4.29 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す．同程度の圧縮率における中心の面圧はアルミニウム引抜き材の方が大きいが，外周部ではアルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片の間に大きな差は見られない．

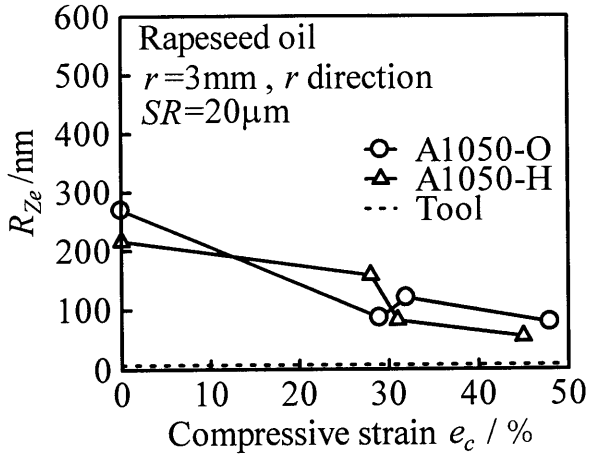


Fig. 4.28　R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(材料の違いによる比較)

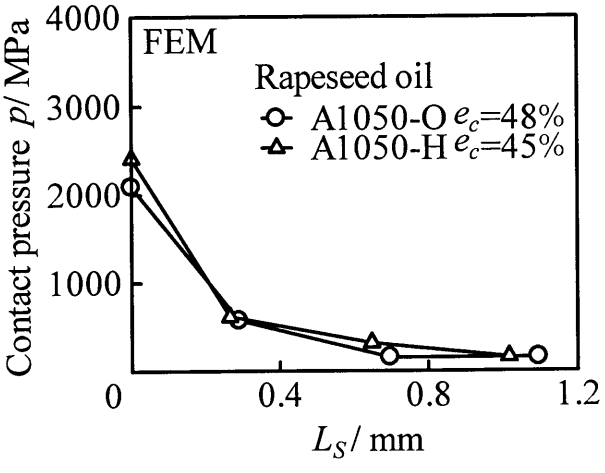


Fig. 4.29　FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係
(材料の違いによる比較)

東京大学生産技術研究所

4.4 工具表面処理の違いによる比較

表面にカーボンを蒸着させた工具と表面に菜種油を塗布した工具のそれぞれを用いて，アルミニウム焼なまし材とアルミニウム引抜き材の圧縮試験を行った結果の比較を行った．

Fig. 4.30 に AFM 観察の際に最も平滑化が進んでいた測定箇所 r=3mm での半径方向における R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す．ただし，カーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験においてγ>40%となったものと，希釈していない菜種油を工具表面に塗布してアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験を行ったものは除いた．図より，希釈した菜種油を用いた圧縮試験では，潤滑状態を保ったままでカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験よりも e_c を大きくすることが出来たが，カーボン蒸着工具の場合よりも平滑化が進むことはなかった．この原因としては，試験片表面に微小なオイルピットが出来ることを避けられなかったためと考えられる．本実験においては工具表面にカーボンを蒸着させた工具を用いてアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験を行ったときの e_c=30%が最も平滑化が進んだ．

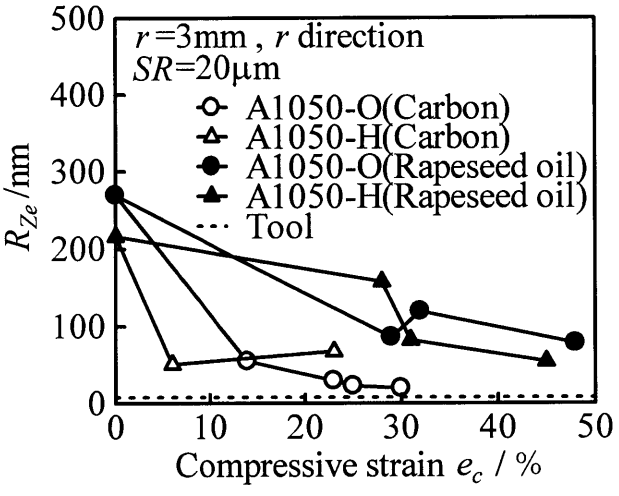


Fig. 4.30　R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(材料の違いによる比較)

4.5 本章のまとめ

表面に菜種油を塗布した工具を用いて，アルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験を行った結果を以下に示す．

(1) アルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験

希釈率 0.25vol%に稀釈した菜種油を用いた場合では，e_c≒30%より e_c を大きくしても平滑化が大きく進むことはなく，最も平滑化されたところで R_{Ze}=78nm(e_c=48%，r=3mm，半径方向)であった．これは，試験片表面に微小なオイルピットが出来ることを避けられなかったためと考えられる．また，僅かながら円周方向よりも半径方向の方が材料流動による平滑効果が大きいことが分かった．

希釈していない菜種油を用いた場合では，e_c≒20%程度までは平滑化が進むが，それ以上圧縮率 e_c が大きくなると R_{Ze} は大きくなった．これは，菜種油が工具と試験片の間に多く閉じ込められたことによって大きなオイルピットが出来たためであると考えられる．

また，カーボン蒸着工具の場合よりも中心部の相対すべり量が大きくなった．

(2) アルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験

希釈率 0.25vol%に稀釈した菜種油を用いた場合でのみ実験を行った結果，e_c≒30%より e_c を大きくしても平滑化が大きく進むことはなく，最も平滑化されたところで R_{Ze}=54nm(e_c=45%，r=3mm，半径方向)であった．これは，アルミニウム焼なまし材試験片と同様に，試験片表面に微小なオイルピットが出来ることを避けられなかったためと考えられる．相対すべり量 L_S が大きいところでは円周方向よりも半径方向の方が R_{Ze} が小さくなり，平滑効果が大きくなる傾向が見られた．

(3) 材料の違いによる比較

希釈した菜種油を用いた場合は，アルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片の平滑化に大きな違いは見られなかった．

(4) 工具表面処理の違いによる比較

カーボン蒸着工具を用いた場合よりも平滑化を進めることを目的として，希釈率 0.25vol%に希釈した菜種油を用いた圧縮試験を行ったが，潤滑状態を保ったままカーボン蒸着工具圧縮試験よりも e_c を大きくすることが出来たものの，カーボン蒸着工具のときよりも平滑化が進むことはなかった．本実験においては工具表面にカーボン蒸着を施した工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験の e_c=30%が最も平滑化が進んだ．

東京大学大学院　工学研究科

第5章　加工品表面のフラクタル解析

第3章および第4章では，表面粗さ計による最大高さ粗さ R_Z の測定，AFM による試験片表面の観察，FEM 解析による変形シミュレーションを行い，試験片表面を粗さの観点から評価した．本章では，試験片表面の凹凸形状を複雑さという観点から評価することで超平滑面の創成挙動を検討するために，試験片表面のフラクタル解析を行った．

5.1　フラクタルの説明

フラクタル(fractal)とは，1975 年にフランスの数学者 Mandelbrot[12]によって提唱された幾何学の概念であり，ラテン語の fractus が語源となっている．これは特徴的な長さを持たないような図形や構造,現象などの総称のことである.特徴的な長さを持たない図形とは，言い換えれば近似が難しい図形のことである．例えば車を直方体で近似できるようにフラクタル図形を何か単純な図形で近似することは出来ない．つまりここで言う特徴的な長さとは，その対象に付随する代表的な長さを指す．フラクタルの概念の基本は，「きわめて複雑な図形であってもそれはごく単純な図形の繰り返しによって出来上がっているとみなす」ことにある．

フラクタルには，自己相似フラクタルと自己アフィンフラクタルの 2 つの種類がある．自己相似フラクタルとは，図形の一部を等方的に拡大すると全体と全く同じ形状になる厳密な自己相似フラクタルと，ほぼ同じ形状になる統計的な自己相似フラクタルのことを指す．厳密な自己相似フラクタルの例としては，Fig. 5.1 に示すコッホ曲線，Fig. 5.2 のシルピンスキーのギャスケット，Fig. 5.3 のカントール集合などが挙げられる．また，統計的な自己相似フラクタルの例としては，山や谷などの地表や海岸線等の地形，河川の蛇行や分岐の様子，肺や血管の構造，植物の構造が挙げられる[13]．

これに対して自己アフィンフラクタルとは，図形の一部を等方的に拡大するのではなく異方的に拡大したとき全体と全く同じ形状になる厳密な自己アフィンフラクタルと，ほぼ同じ形状になるという統計的な自己アフィンフラクタルのことを指す．自己アフィンフラクタルの例としては，金属表面プロフィルや Mandelbrot と Van Ness のフラクショナル・ブラウン運動[14]が挙げられる．

このようにフラクタルは，拡大しても元の形状と同じように複雑であるために接線，接平面の引きようがなく，微分を定義できないという特徴を持つ．

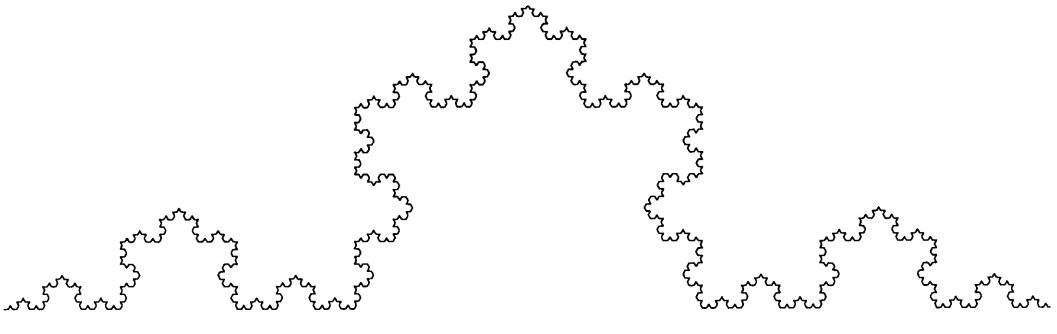


Fig. 5.1　コッホ曲線

三重大学大学院　工学研究科

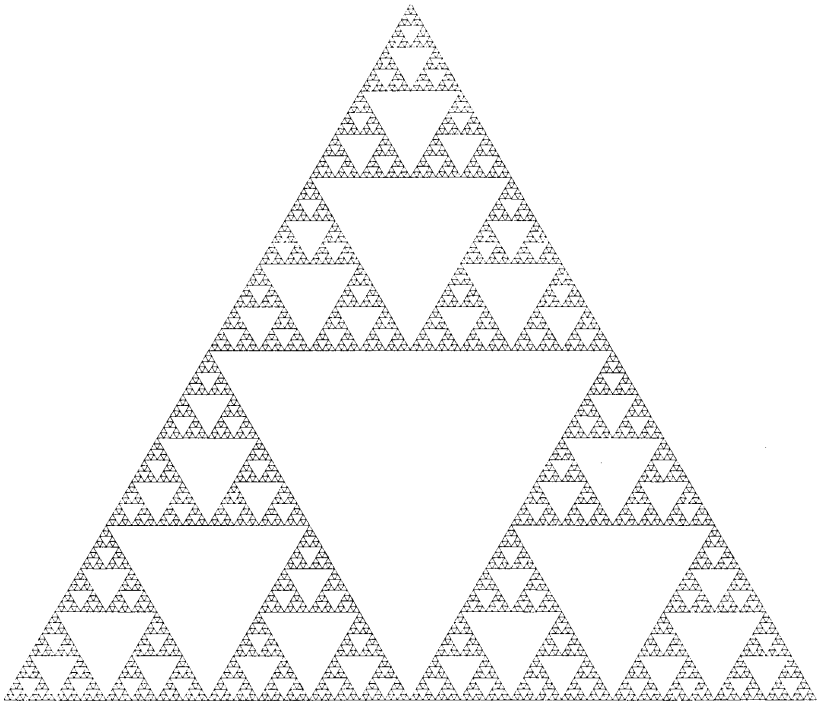


Fig. 5.2　シルピンスキーのギャスケット

Fig. 5.3　カントール集合

5.2　フラクタル次元の決定法

通常，フラクタル特性を定量化するのにフラクタル次元が用いられる．その物理的意味は扱う対象によって異なるので一般的な説明は困難であるが，直感的に説明すると「フラクタル次元が大きいとは，曲線(輪郭を含む)や曲面の形状がより複雑であること」[15]ということであり，曲線，曲面の複雑性を示す指標である．

ユークリッド幾何学において，点は 0 次元，直線は 1 次元，平面は 2 次元，空間は 3 次元，そして相対論では空間は 4 次元となる[13]．これらの次元は全て整数であり，その数字は独立に選べる変数の数と一致する．しかし，フラクタル次元は非整数の次元を持つという特徴を持つ．その整数部はどの次元の空間内にあるのかを示し，小数部は図形の複雑さを示す．

これまでにフラクタル次元の測定法として各種方法が試されてきたが，確立されたものがない上，得られたフラクタル次元相互の理論的関係も明らかではない．そのため本研究では，対象表面の横断面形状を評価するために零点集合法を，縦断面形状を評価するためにパワースペクトル法を用いてフラクタル次元を求めた．

三重大学大学院　工学研究科

5.2.1 零点集合次元

零点集合とは，曲面 $V(x, y)$に対して $V(x, y)-V_0=0$ となるすべての点の集合，すなわちある物体の表面を基準面で切ったときの切り口の輪郭を指す．この方法は「表面が自己アフィンであっても面内等方性であれば得られる零点集合要素は自己相似となり，そのフラクタル次元は表面の次元より 1 だけ小さくなる」という原理に基づいている．ここで，零点集合要素である周囲長と面積を測定すればフラクタル次元を求めることができる．Fig. 5.4 に零点集合法の原理を模式図で示す．図に示す零点集合要素から零点集合次元を求めるためには次のような測度の関係を用いる．

一般に，物体の測度には次の関係が成立する．ここでいう測度とは 1 次元測度が長さ，2 次元測度が面積，3 次元測度が体積というように長さや面積を一般化した概念である．

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \tag{5.1}$$

ここで，L は長さ，A は面積，V は体積である．D 次元測度を持つフラクタル物理量を X とするとき式(5.1)は次式のように一般化できる[13]．

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \propto X^{1/D} \tag{5.2}$$

零点集合要素の面積を A，周囲長を X として，両対数グラフに表すと直線の勾配αが得られる．したがって X は式(5.2)より次式で表すことができる．

$$X \propto A^{D/2} \tag{5.3}$$

したがって，$D=2\alpha$がフラクタル次元となる．以降，零点集合法のフラクタル次元を D_z で表すことにする．

なお零点集合法は，表面プロフィルがランダム性，一様性，等方性を持つときに有効であるとの指摘があり，金属表面は多少なりとも面内異方性を持つと考えられるが，本研究では面内等方性を仮定することにした．

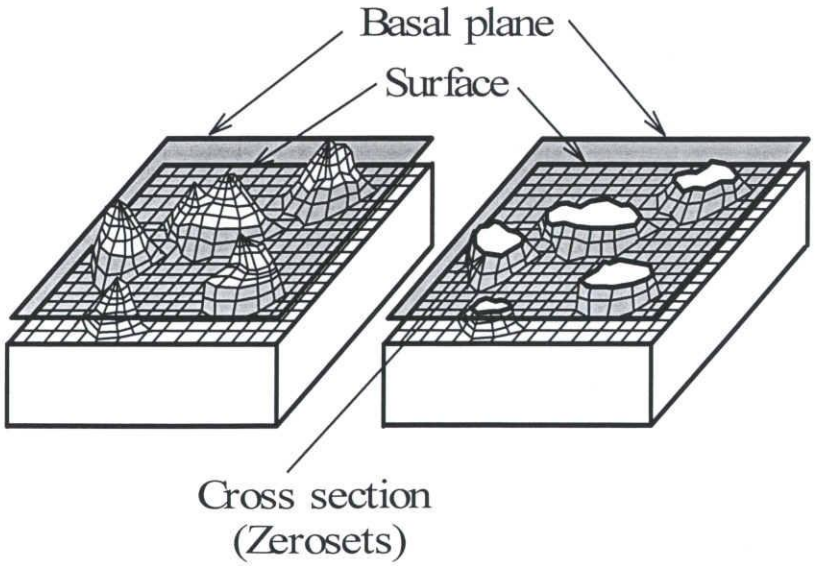


Fig. 5.4　零点集合法の概要

5.2.2 パワースペクトル次元

パワースペクトル次元とは，表面断面曲線に対してFFT解析を行い，得られるパワースペクトル密度S_Pと波長λとの関係から得られる．まず，フーリエ変換[16]の説明から行う．

与えられた信号の中に，どのような周波数の成分が含まれているかを調べるのが周波数分析である．精度の高い周波数分析を行うにはコンピュータによるディジタル処理が必要となり，コンピュータを使った周波数分析の基本となる考え方がフーリエ変換である．

アナログ非周期信号$x(t)$に対するフーリエ変換は，

$$X(f)=\int_{-\infty}^{+\infty}x(t)e^{-j2\pi ft}dt \tag{5.4}$$

で定義される．ディジタル信号(離散信号)の周波数分析を扱う場合には，フーリエ変換も離散値に対して定義されなければならない．

離散信号 $x_n = x(n)$ $\{n = 0, 1, 2, \ldots, n\}$の離散フーリエ変換(DFT)は，

$$X_k=\sum_{n=0}^{N-1}x_n e^{-j2\pi nk/N} \tag{5.5}$$

で定義される．X_kは複素フーリエ係数，nはデータ番号，Nはデータ数である．式(5.4)を分解して，正弦波，余弦波成分で表すと，

$$A_k=\sum_{n=0}^{N-1}x_n\cos(2\pi nk/N) \tag{5.6}$$

$$B_k=\sum_{n=0}^{N-1}x_n\cos(2\pi nk/N) \tag{5.7}$$

とおくと

$$X_k = A_k - jB_k$$

と書け，A_k，B_kとX_kの関係は，

$$|X_k|^2 = A_k{}^2+B_k{}^2 \tag{5.8}$$

となる．X_kの2乗値がパワースペクトルである．

式(5.4)を直接計算するとデータ数Nに対しN^2回の複素計算を要し，コンピュータの計算時間がほぼ乗除算の回数に比例することから，妥当な精度で周波数分析結果を得るためには，かなりの時間がかかってしまう．そこで，式(5.4)を実際に計算するときには，高速フーリエ変換(FFT)を用いる．この方法は，1965年にCooleyとTukeyによって発表された．高速フーリエ変換とは回転子と呼ばれるものの性質を使って複素乗算・加算の計算回数を減らし，離散フーリエ変換を高速に行う手法である．

次に，自己アフィンフラクタル曲線$V_H(t)$のスペクトル密度とフラクタル次元D_{PS}の関係を，「フラクタルイメージ」[14]より引用して以下に説明する．

自己アフィンフラクタルの$V_H(t)$はfBm(Fractional Brownian Motion)関数であり，tとV_Hを各々異なる比率$H(0<H<1)$で拡大したときに，その形状を統計的に繰り返す．つまり，tをr倍すると$(t \rightarrow rt)$，V_Hはr^H倍になる（$V_H \rightarrow r^H V_H$）性質を持つ．

ここで，$X(t)$をfBm関数とすると，適当にスケーリングされた関数

工学院大学大学院　工学研究科

$$Y(t)=\frac{1}{r^H}X(rt) \tag{5.9}$$

は，$r>0$ を満たす r について X と統計的に同一の性質を持つ．よってスペクトル密度も同じはずである．

$$Y(t,T)=\begin{cases}Y(t)=\dfrac{1}{r^H}X(rt) & ,0<t<T\\ 0 & \text{それ以外}\end{cases} \tag{5.10}$$

とし，以下のような表記法を用いる．

$F_X(t, T)$，$F_Y(t, T)$は各々$X(t, T)$，$Y(t, T)$のフーリエ変換，$S_X(t, T)$，$S_Y(t, T)$は $X(t, T)$，$Y(t, T)$のスペクトル密度であり，F_Yは次式のように計算される．

$$F_Y(f,T)=\int_0^T Y(t)e^{-2\pi ift}dt=\frac{1}{r^H}\int_0^{rT}X(s)e^{-2\pi if\frac{s}{r}}\frac{ds}{r} \tag{5.11}$$

この 2 番目の積分式において s / r を t で，ds / r を dt によって，それぞれ置き換えると明らかに

$$F_Y(f,T)=\frac{1}{r^{H+1}}F_X\left(\frac{f}{r},rT\right) \tag{5.12}$$

である．よって，$Y(t, T)$のスペクトル密度は

$$S_Y(f,T)=\frac{1}{r^{2H+1}}\frac{1}{rT}\left|F_X\left(\frac{f}{r},rT\right)\right|^2 \tag{5.13}$$

となり，$T\to\infty$の極限を考えることは$rT\to\infty$に等価なので，以下の結果を得る．

$$S_Y(f,T)=\frac{1}{r^{2H+1}}S_X\left(\frac{f}{r}\right) \tag{5.14}$$

Y は X に適当なスケーリングを施したものなので，パワースペクトル密度は一致しなければならない．すなわち，

$$S_X(f,T)=\frac{1}{r^{2H+1}}S_X\left(\frac{f}{r}\right) \tag{5.15}$$

である．形式的に f=1 とし，1/r を再度 f で置き換えると，

$$S_X(f)\propto\frac{1}{f^{2H+1}}=\frac{1}{f^{\beta}} \tag{5.16}$$

となり，式(5.16)を一般化し，スペクトル密度関数を $S_P(f)$とすると

$$S_P(f)\propto\frac{1}{f^{\beta}} \tag{5.17}$$

となる．ここで信号波の進む速度が一定（$f\lambda$ = const.）ならば

$$S_P(\lambda)\propto\lambda^{\beta} \tag{5.18}$$

のべき乗の形で表される．この $S_P(f)$を波長λとの両対数グラフ上にプロットすると勾配βの直線状になる.この勾配βと $f(t)$の持つフラクタル次元 D_{PS} には次の関係が与えられる．

東京大学大学院　工学研究科

$$D_{PS}=2, \qquad 0\le\beta<1$$
$$D_{PS}=E+\frac{3-\beta}{2} \qquad 1\le\beta\le3 \tag{5.19}$$
$$D_{PS}=1, \qquad \beta<3$$

ただし，Eは変数の自由度を表し，本研究のような断面曲線の場合は1である．

5.3 AFMシステムにおけるフラクタル次元の測定法

5.3.1 零点集合次元 D_Z の測定法

フラクタル解析を行うための試料表面画像は，AFMを用いて走査範囲 SR が 20μm×20μm(SR=20μm)の条件で求め，SPMに備えられているソフトウェアによって傾き補正を行った．補正方法は「X方向の平均値」と「面フィット」の2つであり，それぞれ処理ボタンを押すことによってソフトウェアが自動的に行う．画像情報は必要に応じてノイズライン除去を行い，画像処理ソフトウェアWinROOF（MITANI　CORPORATION製）に取り込めるようにTIFF形式に変換した(Fig. 5.5(a))．このTIFF形式画像をWinROOFで開き，グレー画像化する(Fig. 5.5(b))．そしてキャリブレーションを行い1画素の長さを設定する．キャリブレーションの値は，SR=20μmの場合512×512画素で表示されているので1画素の長さは39.1nmである．そして，その画像を2値化し(Fig. 5.5(c))零点集合要素である面積 A_Z と周囲長 L_Z を得た．ここで零点集合要素が境界線に接しているデータと，面積が10画素以下のデータは削除した．

零点集合カット面をつくるには，色調が256階調で表されているグレー画像をしきい値で2値化しなくてはならない．この2値化のためにAFM画像の最大高さからのカット量を相対カット量として表すことにした．相対カット量δは次式で表される．

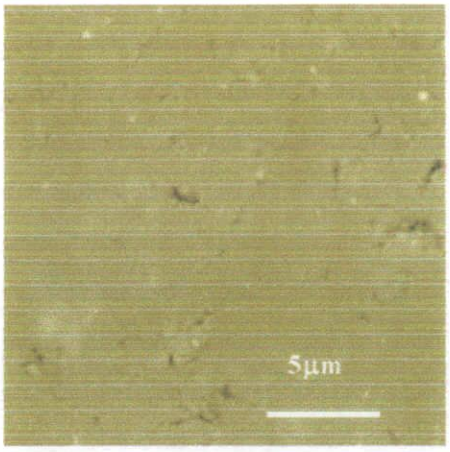
$$\delta=\frac{256-\text{しきい値}}{256}\times100\ \ \% \tag{5.20}$$

本研究で使用した相対カット量は18%，34%，49%，65%，80%の5種類である．

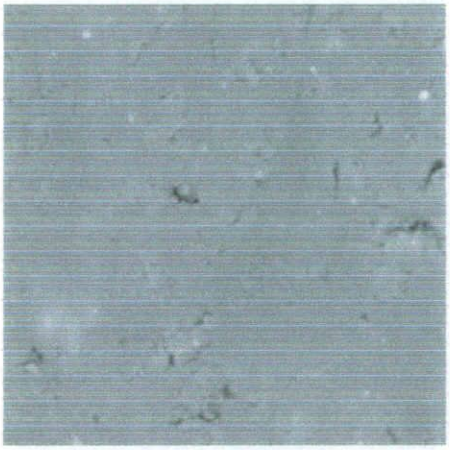
次に，得られた零点集合要素データを表計算ソフトExcel(Microsoft製)に取込み，Fig. 5.6に示すように縦軸を周囲長 L_Z，横軸を面積 A_Z として両対数グラフを作成した．両者の関係に対してべき乗近似を適用することで近似直線を求め，直線の勾配αから零点集合次元 D_Z=2αを得た．ここで，3つのAFM画像から得られる零点集合要素データを1つのグラフにプロットすることで信頼性を高めた．

Fig. 5.7に相対カット量δを18%，34%，49%，65%，80%で求めた通常の場合の両対数グラフとδ=34%だけの両対数グラフ，δ=49%だけの両対数グラフを示す．相対カット量による違いはほとんどないことが分かる．

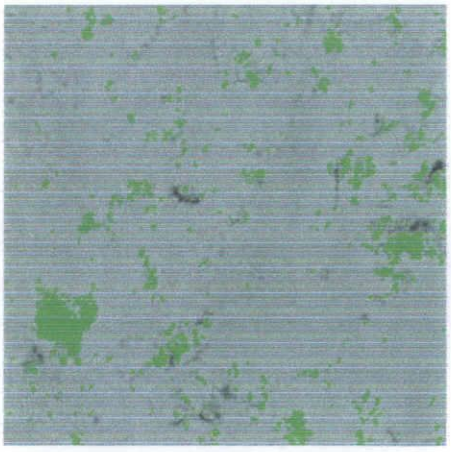
東京大学大学院　工学研究科



(a)AFM 画像



(b)グレー画像



(c)2 値化画像(δ=34%)

Fig. 5.5　零点集合法における画像処理の流れ

（アルミニウム引抜き材試験片(菜種油)，e_c=45%，SR=20μm，r=1mm）

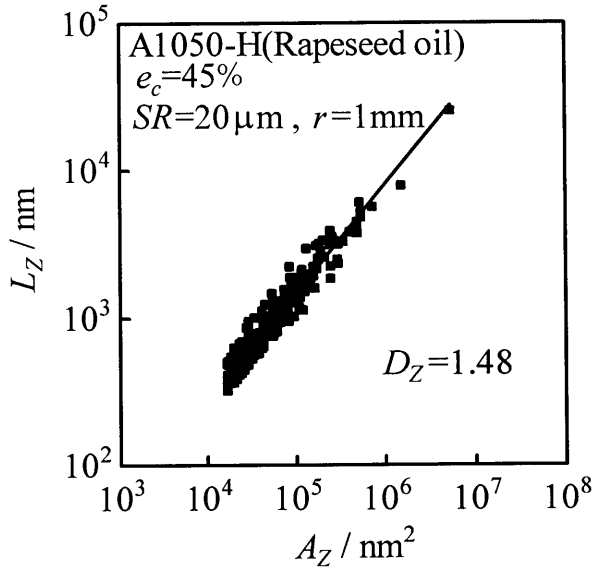
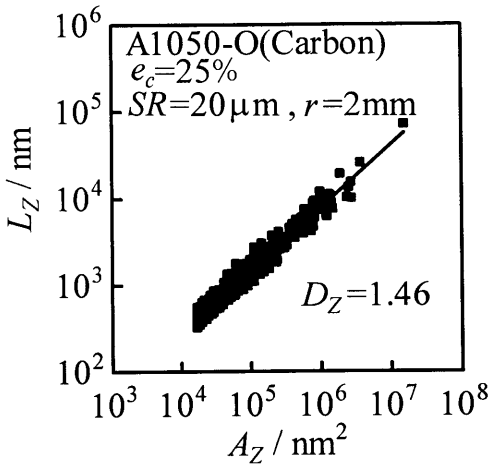
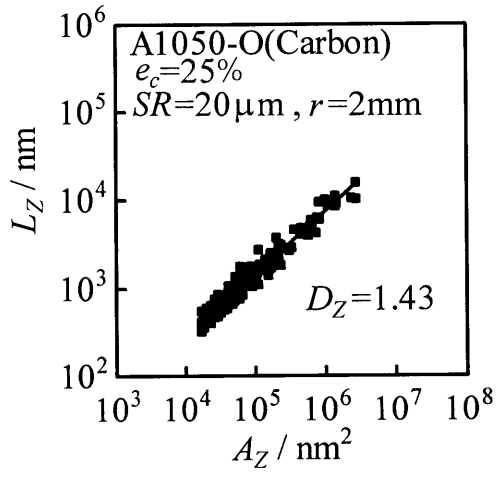


Fig. 5.6　周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係
(アルミニウム引抜き材試験片(菜種油)，e_c=45%，SR=20μm，r=1mm)

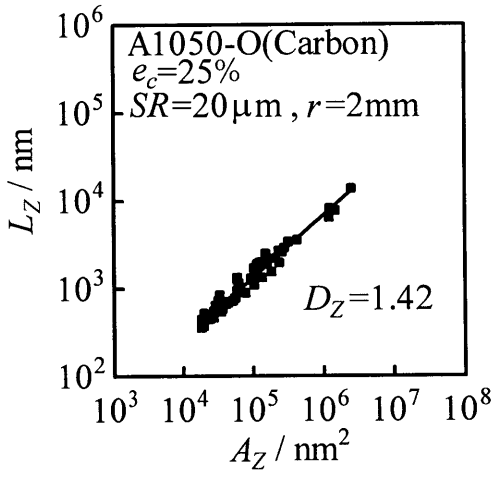
東京大学大学院　工学研究科



(a)δ=18%, 34%, 49%, 65%, 80%



(b)δ=34%



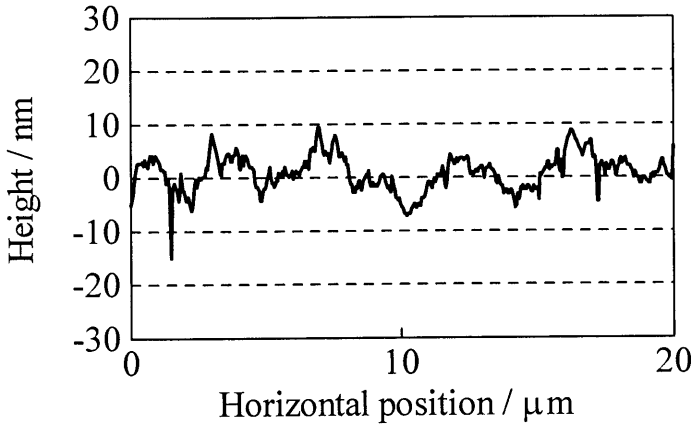
(c)δ=49%

Fig. 5.7　相対カット量の違いによる比較

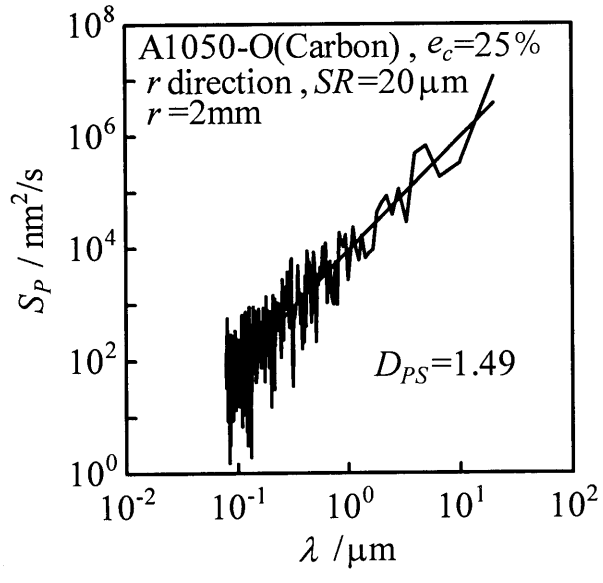
(アルミニウム焼なまし材試験片(カーボン), e_c=25%, SR=20μm, r=2mm)

5.3.2　パワースペクトル次元 D_{PS} の測定法

パワースペクトル法でも 5.3.1 節で説明した傾き補正を行った試料表面画像を用いる．パワースペクトル次元を求めるためには，まず断面曲線より離散的な高さ値を求める必要がある．そこで，その試料表面画像を AFM に備えられている断面形状解析ソフトによって断面曲線(Fig. 5.8(a))を表示する．次に，Microsoft Visual Basic 6.0 を用いて上田[17]が開発したプログラム「FFT.vbp」を FFT における窓関数を矩形窓からより周波数分解能力の良いハミング窓に改良した「改良 1 次元 FFT.vbp」を用いて高速フーリエ変換(FFT)を行い，パワースペクトル密度 S_P と波長 λ の関係を得た．このようにして得られたパワースペクトル密度 S_P と波長 λ から，5.2.2 節で説明した方法を用いてパワースペクトル次元 D_{PS} を算定した(Fig. 5.8(b))．本研究で用いた試験片には方向性があるため，円周方向と半径方向において D_{PS} を求めた．また，得られた D_{PS} は，各試料につき 3 回測定したものの平均値を採用した．



(a)断面曲線



(b)パワースペクトル密度 Sp と波長 λ の関係

Fig. 5.8　パワースペクトル法における処理の流れ

(アルミニウム焼なまし材試験片(カーボン)，e_c=25%，半径方向，SR=20μm，r=2mm)

工学研究科

5.4 零点集合次元 D_z による加工品表面の解析結果

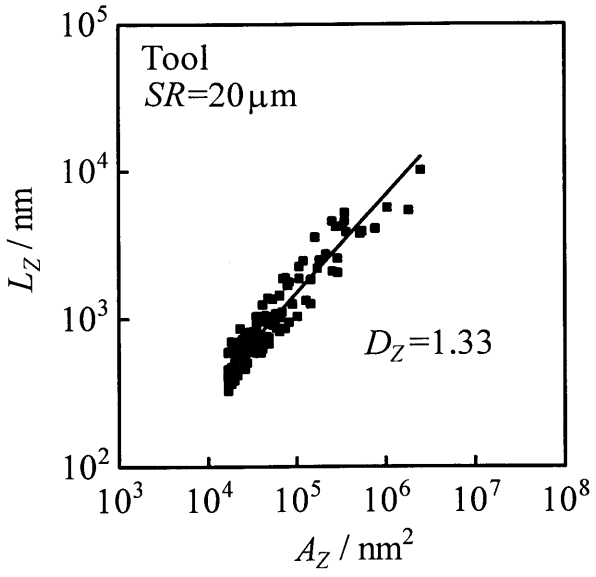
零点集合法によって表面細部の凹凸形状について検討する．Fig. 5.9 に工具表面および試験片表面の周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係の一例を示す．L_Z と A_Z の関係が直線性を持っていることから，工具表面および試験片表面はフラクタル性を有するということが確認できる．

Fig. 5.10 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_Z と圧縮率 e_c の関係，Fig. 5.11 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_Z と e_c の関係，Fig. 5.12 に菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_Z と e_c の関係，Fig. 5.13 に菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_Z と e_c の関係を示す．いずれの試験片においても試験片初期表面の D_Z は工具表面の D_Z とほぼ等しく，e_c が増加しても有意な変化は見られず，測定箇所による大きな差も見られない．また，Fig. 5.10 に示したカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材においてカーボンの剥離の大小による D_Z の違いは見られず，Fig. 5.12 に示した菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片においても菜種油の希釈の有無による D_Z の違いは見られなかった．

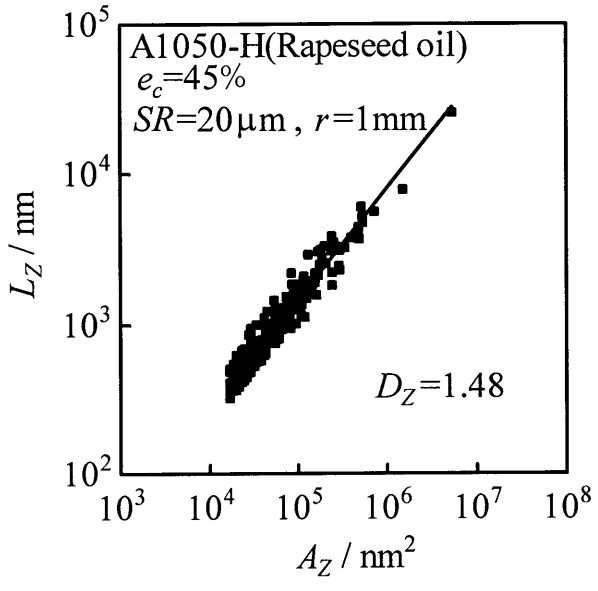
Fig. 5.14 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係，Fig. 5.15 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係，Fig. 5.16 に菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係，Fig. 5.17 に菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係を示す．いずれの試験片においても D_Z と R_{Ze} の間に有意な関係は見られず，平滑化が進むことによる D_Z の変化は見られない．

Fig. 5.18 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の D_Z と相対すべり量 L_S の関係，Fig. 5.19 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の D_Z と L_S の関係，Fig. 5.20 に菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の D_Z と L_S の関係，Fig. 5.21 に菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片の D_Z と L_S の関係を示す．いずれの試験片においても相対すべり量が大きくなることによる D_Z の値の有意な変化は見られない．

Fig. 5.22 に本研究で行った全条件における D_Z と圧縮率 e_c の関係の比較を示す．それぞれの値は，相対すべり量が大きく平滑化が進んでいた測定箇所 r=3mm のものとした．本実験の範囲内では平滑化による D_Z の変化は見られない．これは，試験片初期表面の D_Z と工具表面の D_Z の間にほとんど差がなかったためであるとも考えられるので，平滑化による D_Z の変化をより詳しく調査するためには，試験片初期表面と工具表面の D_Z の間により大きな差が見られる条件での実験が必要である．



(a)工具表面



(b)試験片表面(アルミニウム引抜き材試験片(菜種油), e_c=45%, r=1mm)

Fig. 5.9　周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係(SR=20μm)

東京大学大学院　工学研究科

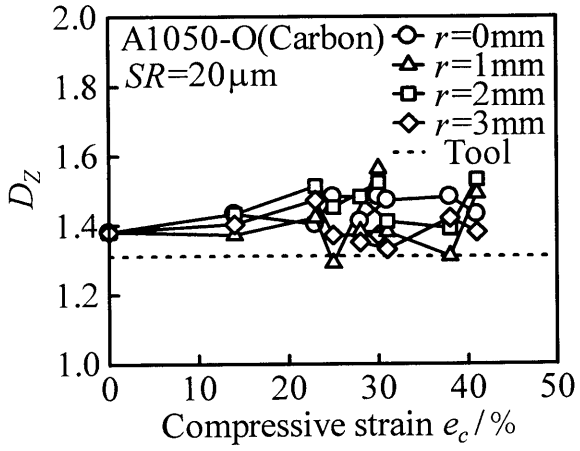


Fig. 5.10　D_Zと圧縮率 e_cの関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，カーボン)

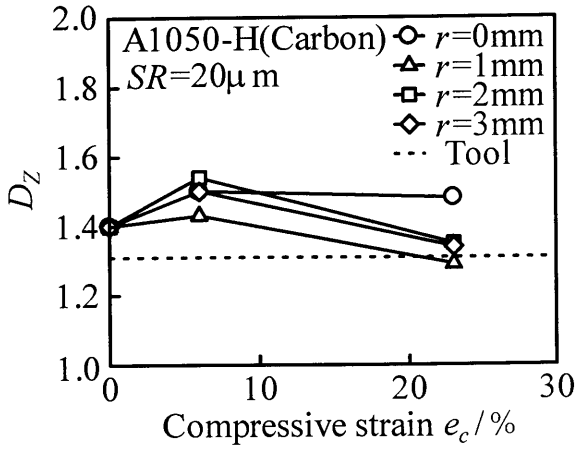


Fig. 5.11　D_Zと圧縮率 e_cの関係
(アルミニウム引抜き材試験片，カーボン)

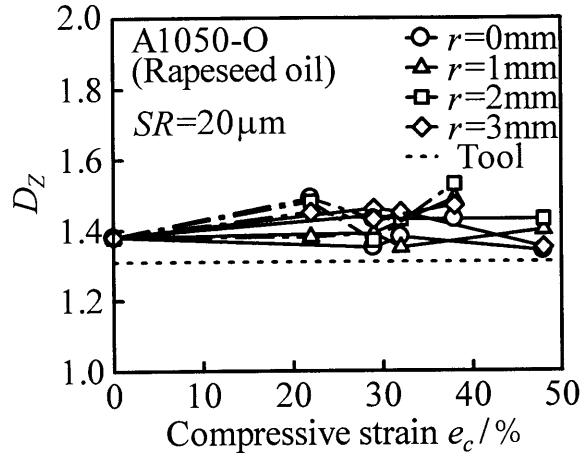


Fig. 5.12　D_Zと圧縮率 e_cの関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，菜種油)

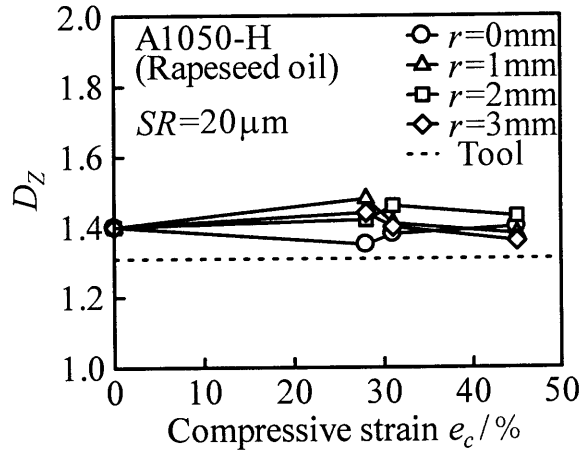
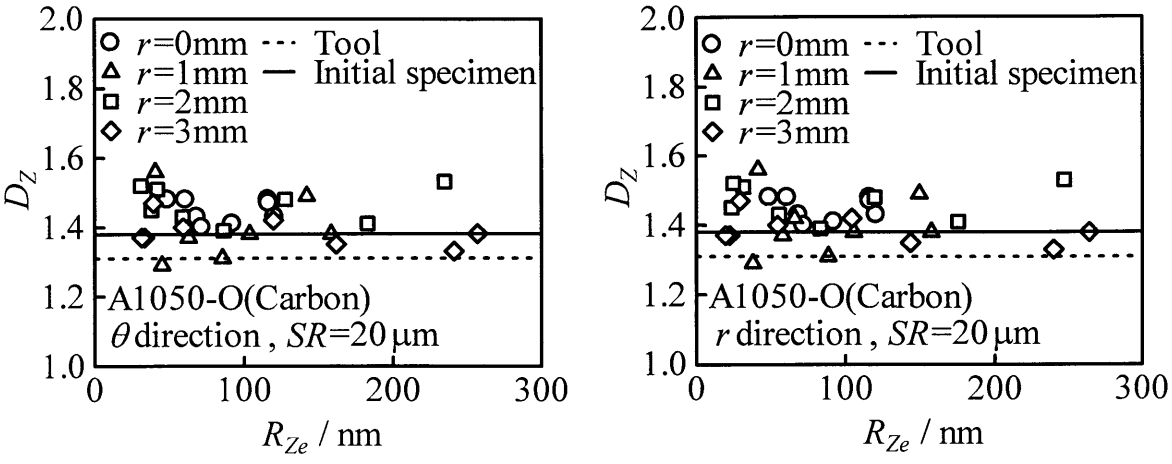
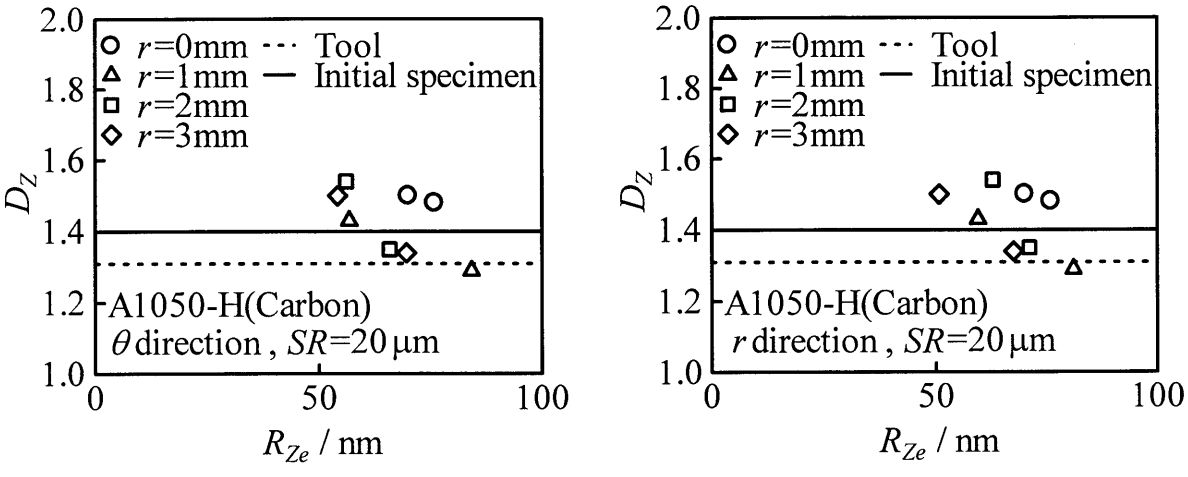


Fig. 5.13　D_Zと圧縮率 e_cの関係
(アルミニウム引抜き材試験片，菜種油)



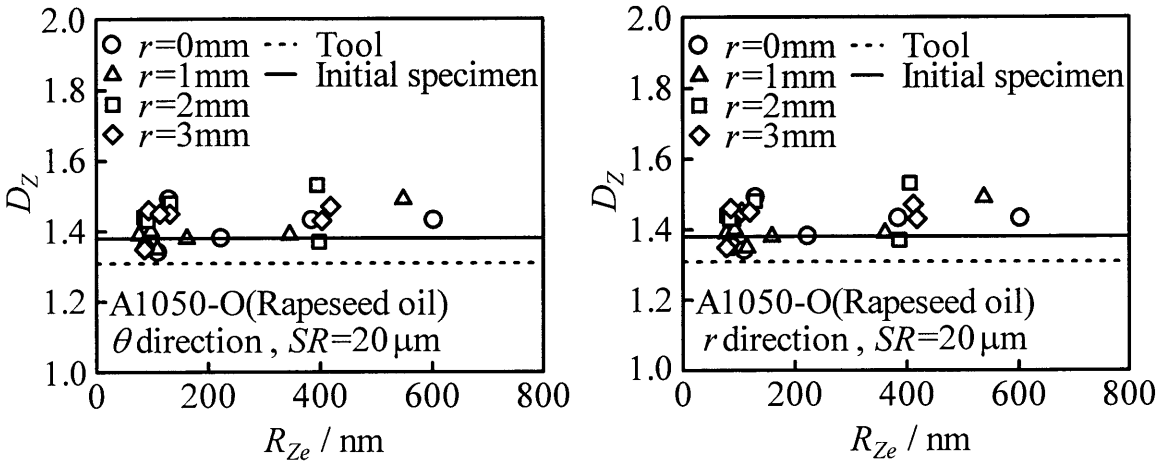
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.14　D_Z と R_{Ze} の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，カーボン)



(a)円周方向　　(b)半径方向

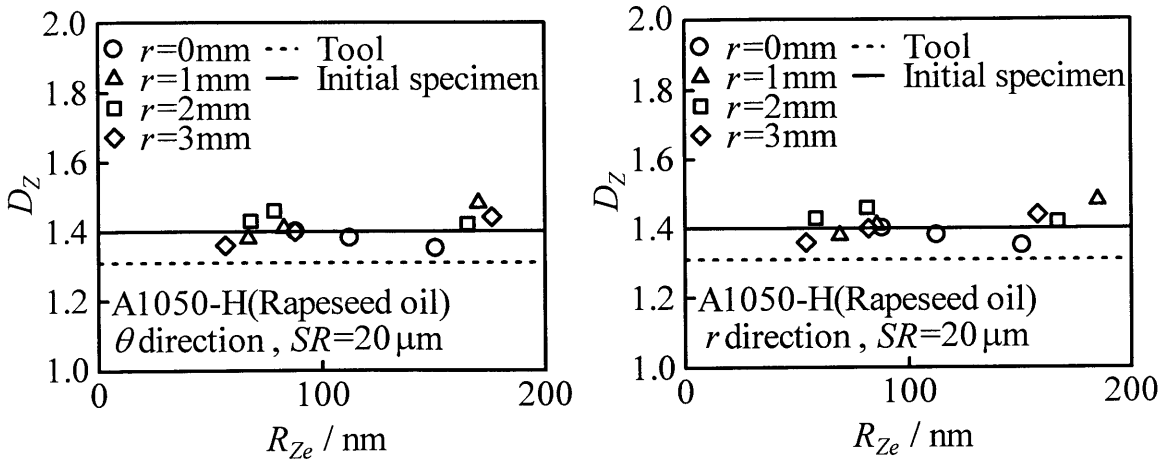
Fig. 5.15　D_Z と R_{Ze} の関係(アルミニウム引抜き材試験片，カーボン)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.16　D_Z と R_{Ze} の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，菜種油)

[illegible]



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.17　D_Z と R_{Ze} の関係(アルミニウム引抜き材試験片，菜種油)

東京大学大学院　工学研究科

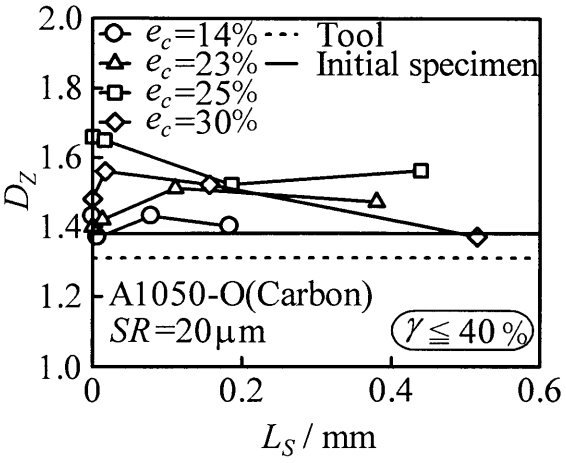


Fig. 5.18　D_Z と L_S の関係
(アルミニウム焼なまし材試験片，
カーボン($\gamma \leqq 40\%$))

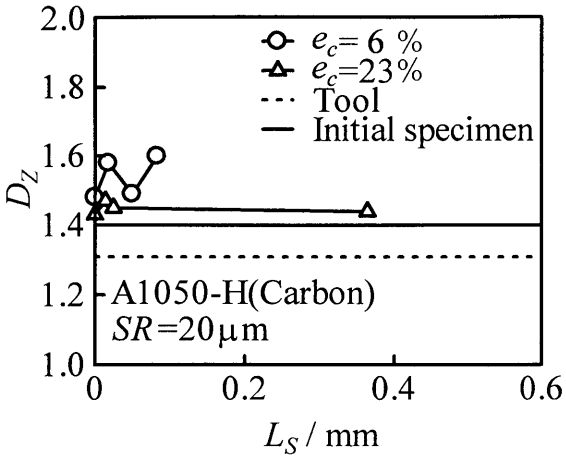
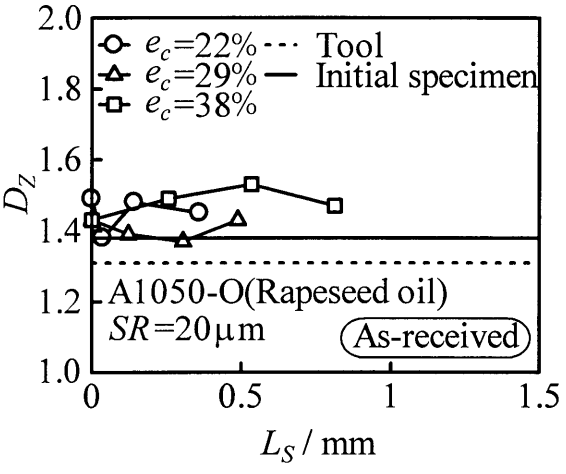
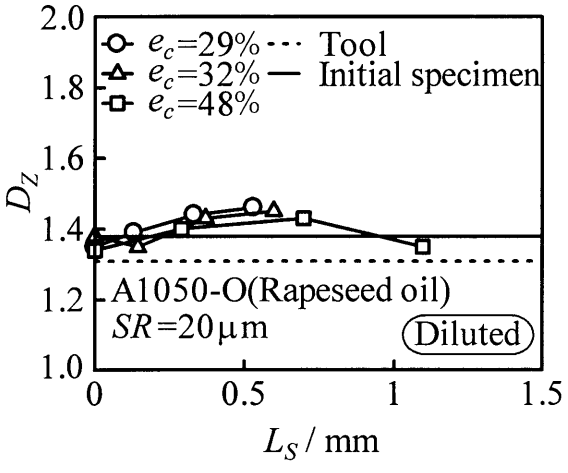


Fig. 5.19　D_Z と L_S の関係
(アルミニウム引抜き材試験片，カーボン)



(a)希釈していない菜種油



(b)希釈した菜種油

Fig. 5.20　D_Z と L_S の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，菜種油)

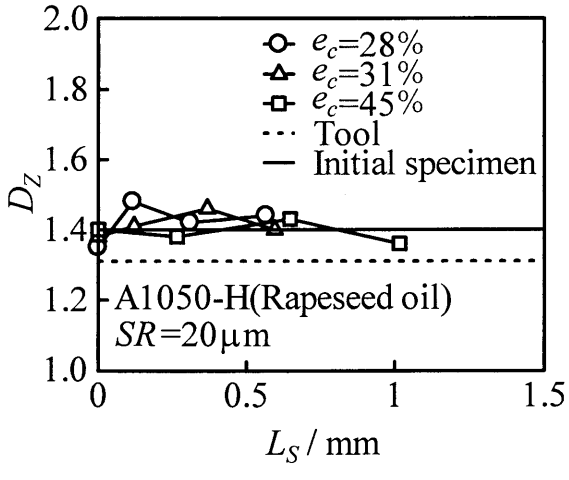


Fig. 5.21　D_Z と L_S の関係(アルミニウム引抜き材試験片，菜種油)

工学院大学図書館 学術情報

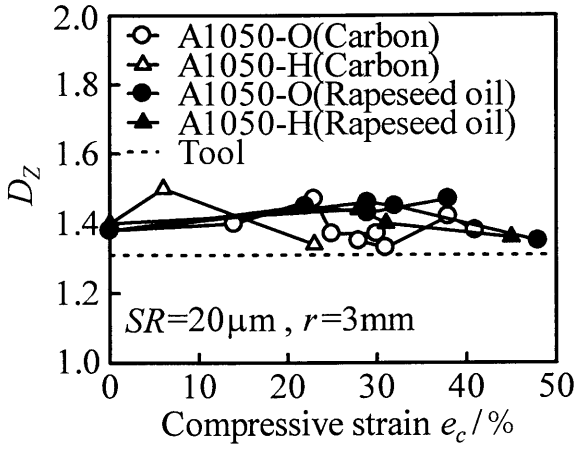


Fig. 5.22　D_Zと圧縮率 e_cの関係(全条件での比較)

5.5　パワースペクトル次元 D_{ps}による加工品表面の解析結果

次に，パワースペクトル法によって表面細部の凹凸形状について検討した．Fig. 5.23に工具表面および試験片表面の断面曲線と FFT 解析結果の一例を示す．FFT 解析の結果，パワースペクトル密度 Sp と波長λの関係が直線性を持っていることから，フラクタル性を有することが確認できる．

Fig. 5.24 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_{PS}と圧縮率 e_cの関係，Fig. 5.25 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_{PS}と e_cの関係，Fig. 5.26 に菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_{PS}と e_cの関係，Fig. 5.27 に菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_{PS}と e_cの関係を示す．カーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片における剥離面積率がγ>40%の部分，カーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片，菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片において希釈していない菜種油を塗布した場合では圧縮前後で有意な変化は見られなかったが，その他の条件における半径方向では圧縮することで工具表面の D_{PS}に近づいている．

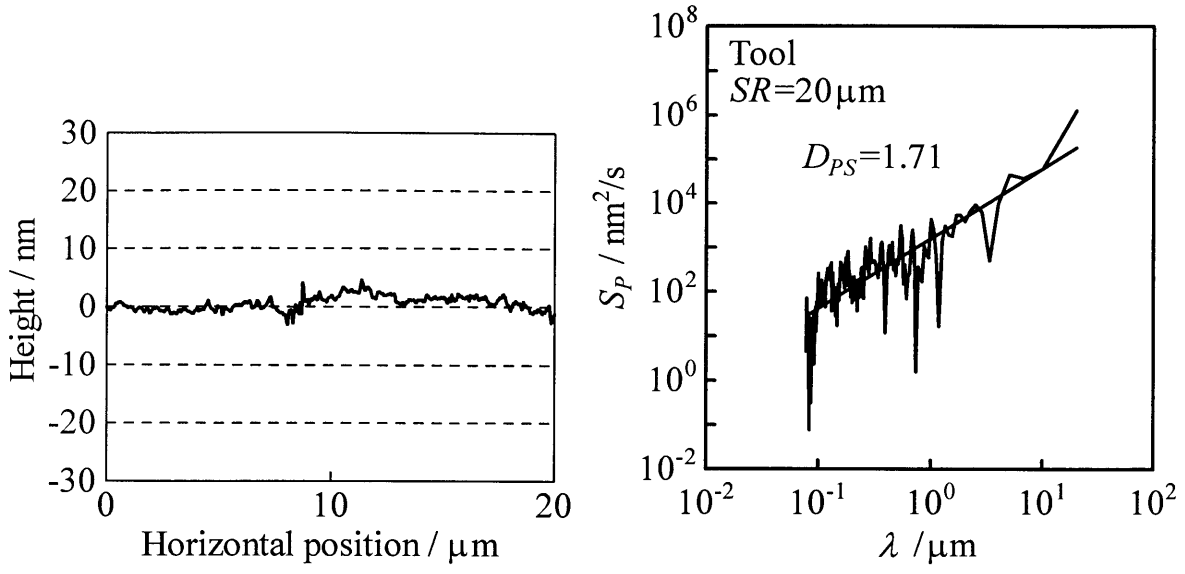
Fig. 5.28 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_{PS}と R_{Ze}の関係，Fig. 5.29 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_{PS}と R_{Ze}の関係，Fig. 5.30 に菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_{PS}と R_{Ze}の関係，Fig. 5.31 に菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_{PS}と R_{Ze}の関係を示す．いずれの試験片においても半径方向では R_{Ze}の値が小さいほど D_{PS}が大きく，工具表面の D_{PS}に近づいている．円周方向においては菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片では R_{Ze}による影響は確認できないが，その他の条件においては半径方向ほど顕著ではないが同様の傾向が見られる．これは，試験片表面が平滑化されていくに従って材料流動の方向に工具のフラクタル構造が転写されていき，工具表面の D_{PS}に近づいていったのではないかと考えられる．零点集合次元 D_Zでこのような傾向が見られなかったのは，試験片初期表面の D_Zと工具表面の D_Zの間にほとんど差がなかったことと，D_Zは面の平均的な次元を表していることの両方の影響によるものではないかと考えられる．

東京大学大学院　工学研究科

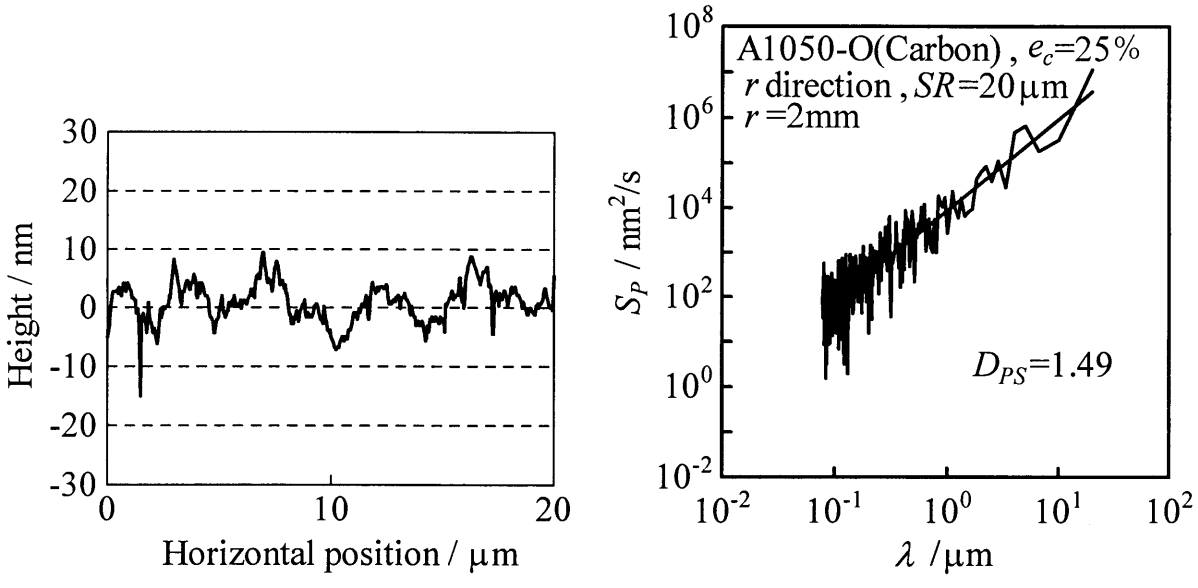
Fig. 5.32 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_{PS} と相対すべり量 L_S の関係，Fig. 5.33 にカーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_{PS} と L_S の関係，Fig. 5.34 と Fig. 5.35 に菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験における D_{PS} と L_S の関係，Fig. 5.36 に菜種油を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における D_{PS} と L_S の関係を示す．いずれの試験片においても半径方向では圧縮されて R_{Ze} が小さくなり，表面が平滑化されると工具表面の D_{PS} に近づくことが分かったが，L_S については L_S が増加すると工具表面の D_{PS} に近づくものもあるものの，はっきりとした傾向は見られない．円周方向においても L_S が増加しても D_{PS} の値の違いにはっきりとした傾向は見られない．

Fig. 5.37 に本研究で行った全条件における D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す．それぞれの値は，相対すべり量が大きく平滑化が進んでいた測定箇所 r=3mm のものとした．また，カーボン蒸着工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片における剥離面積率が γ>40%の部分，菜種油を用いたアルミニウム焼なまし材試験片においてそのままの菜種油を塗布した場合は上記で示した通り，D_{PS} と e_c の間に有意な関係が見られなかったためにここでは除外した．カーボン蒸着工具を用いたアルミニウム引抜き材試験片の圧縮試験における圧縮率が大きいところを除いて，e_c が大きくなると工具表面の D_{PS} に近づく傾向が見られる．よって，e_c が大きくなることで平滑化が進んだ条件においては試験片表面が工具表面の D_{PS} に近づく傾向があることが分かる．

Fig. 5.38 に本研究で行った全条件における D_{PS} と R_{Ze} の関係を示す．R_{Ze} が小さくなり平滑化が進むほど工具表面の D_{PS} に近づく傾向が見られる．



(a)工具表面

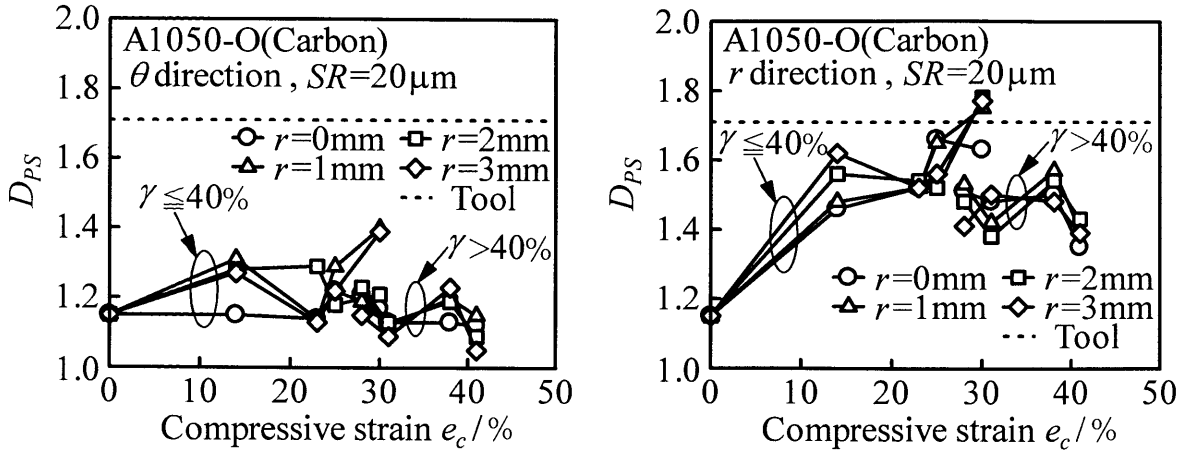


(b)試験片表面

(アルミニウム焼なまし材試験片(カーボン), e_c=25%, 半径方向, SR=20μm, r=2mm)

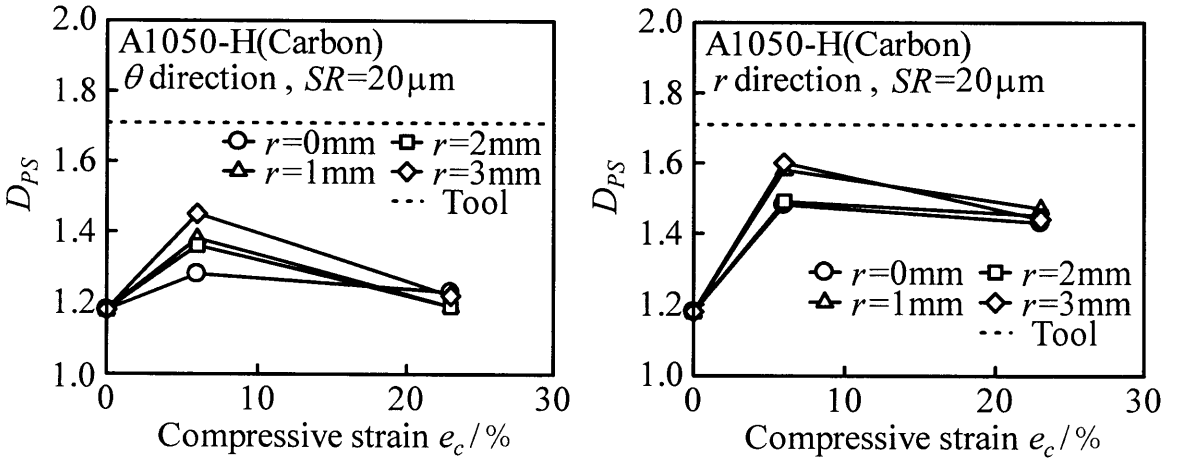
Fig. 5.23　断面曲線および FFT 解析結果

工学研究科



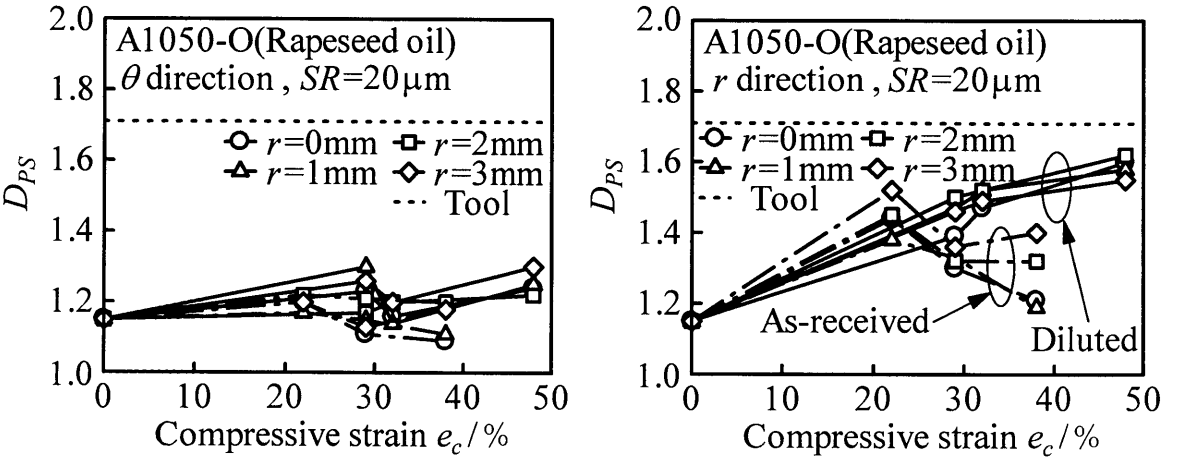
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.24　D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，カーボン)



(a)円周方向　　(b)半径方向

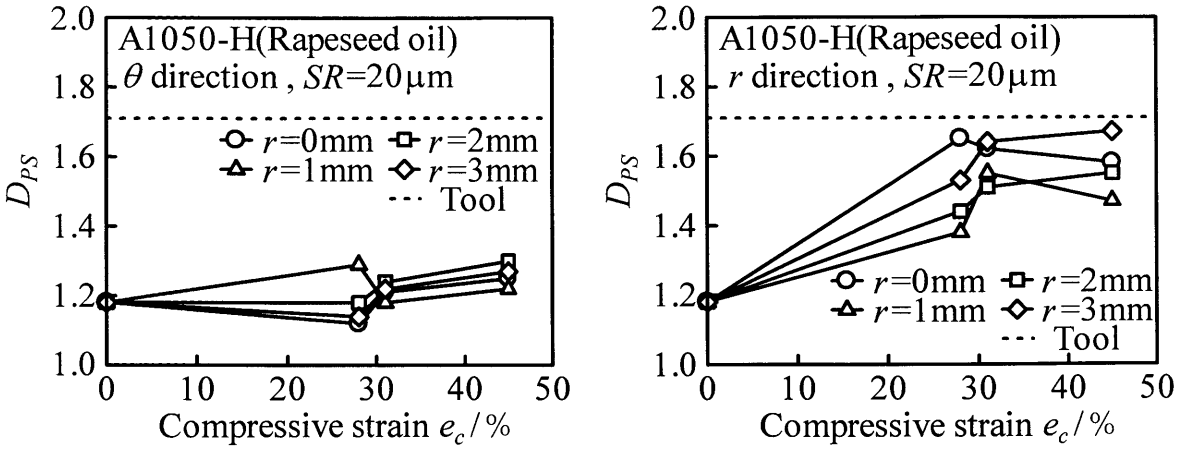
Fig. 5.25　D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片，カーボン)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.26　D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，菜種油)

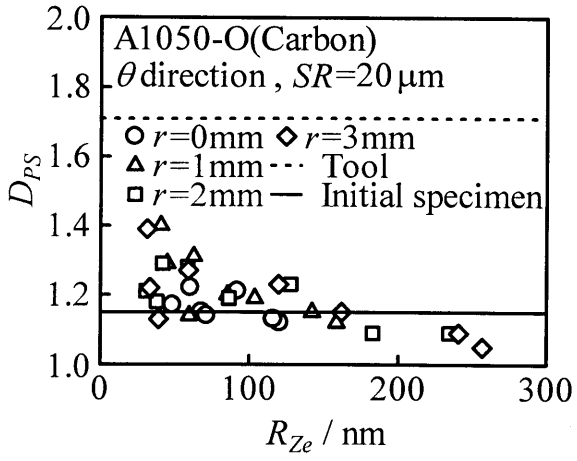
東京大学大学院　工学研究科



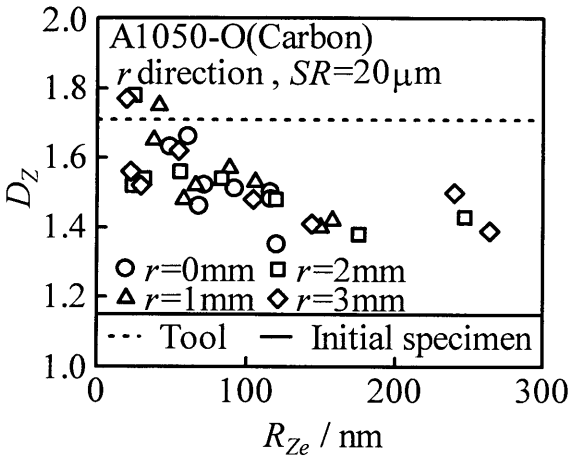
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.27　D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片，菜種油)

東北大学大学院　工学研究科

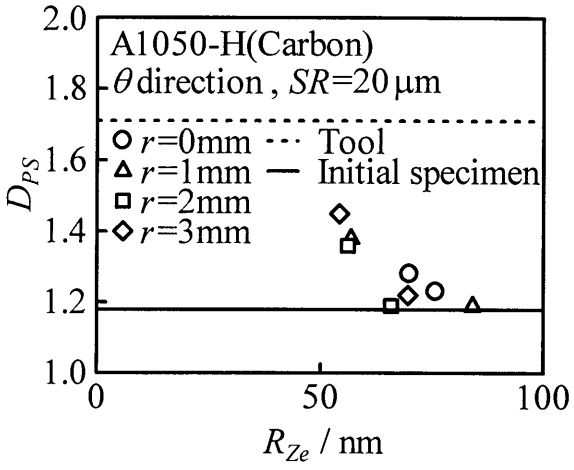


(a)円周方向

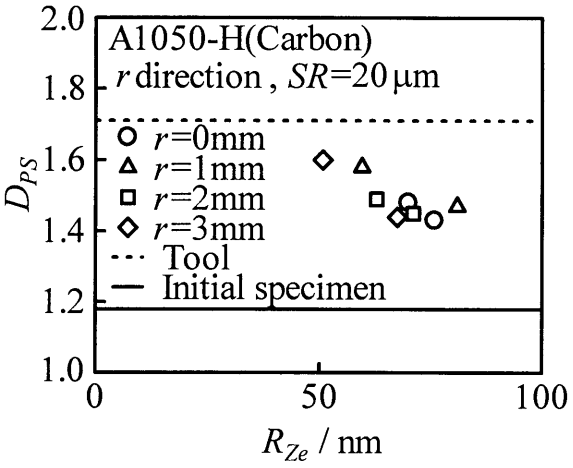


(b)半径方向

Fig. 5.28　D_{PS} と R_{Ze} の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，カーボン)

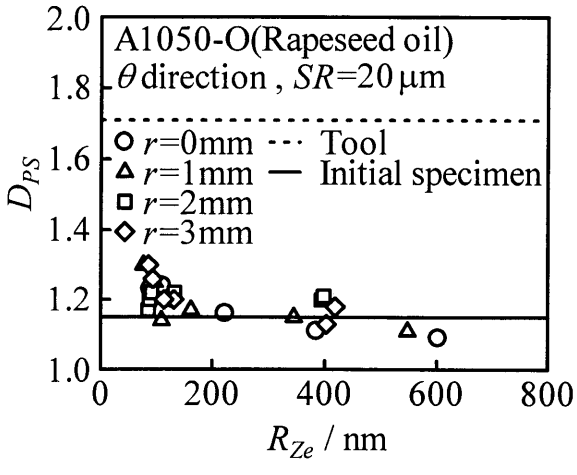


(a)円周方向

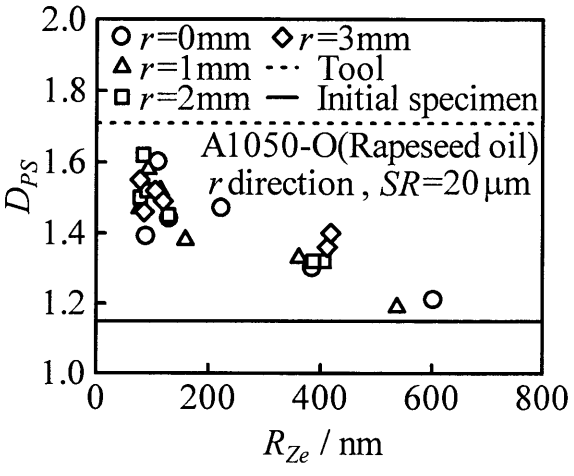


(b)半径方向

Fig. 5.29　D_{PS} と R_{Ze} の関係(アルミニウム引抜き材試験片，カーボン)



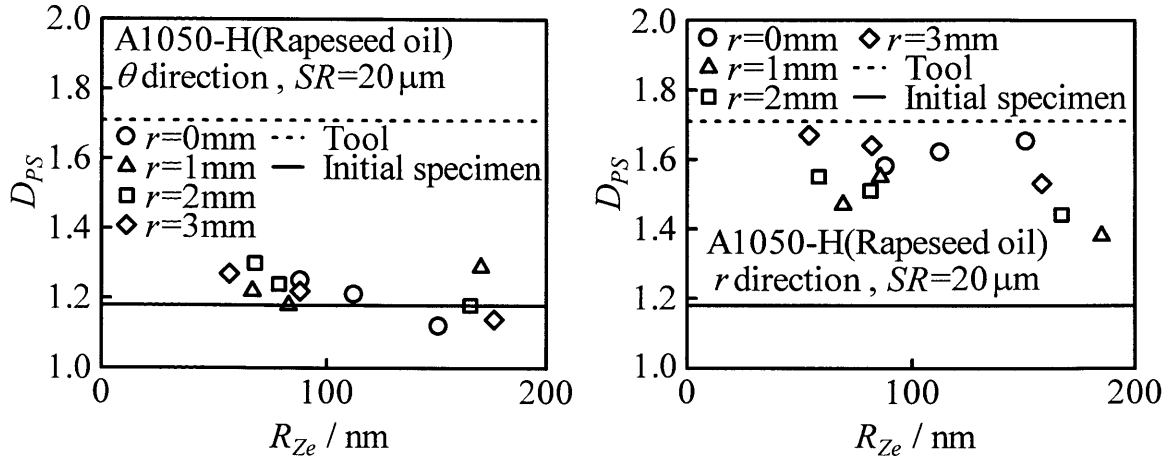
(a)円周方向



(b)半径方向

Fig. 5.30　D_{PS} と R_{Ze} の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，菜種油)

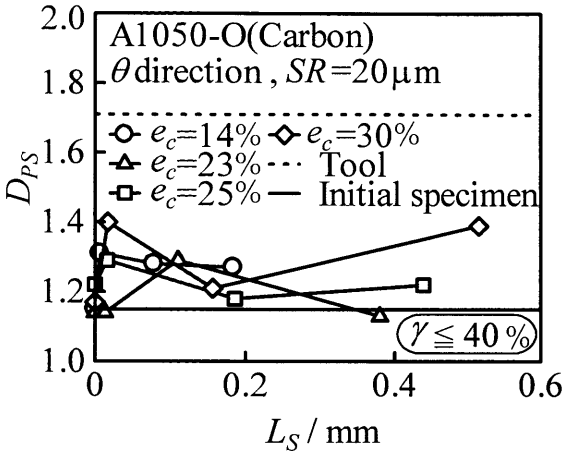
[illegible]



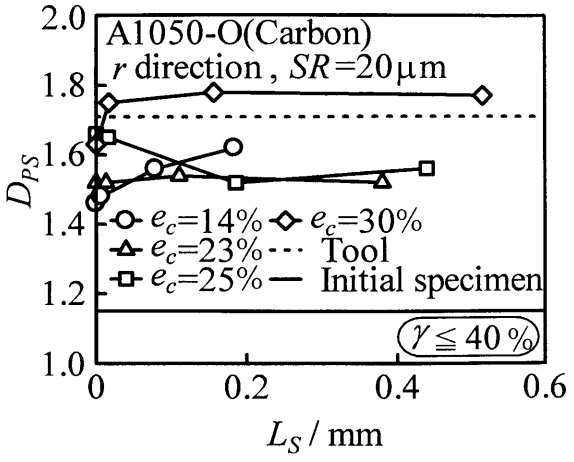
(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.31　D_{PS} と R_{Ze} の関係(アルミニウム引抜き材試験片，菜種油)

東京工業大学　大学院博士課程

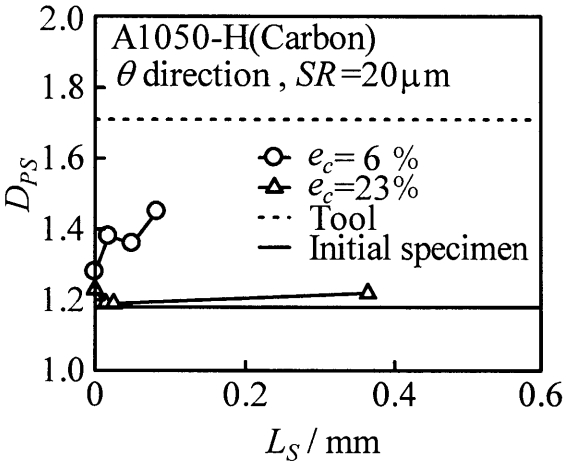


(a)円周方向

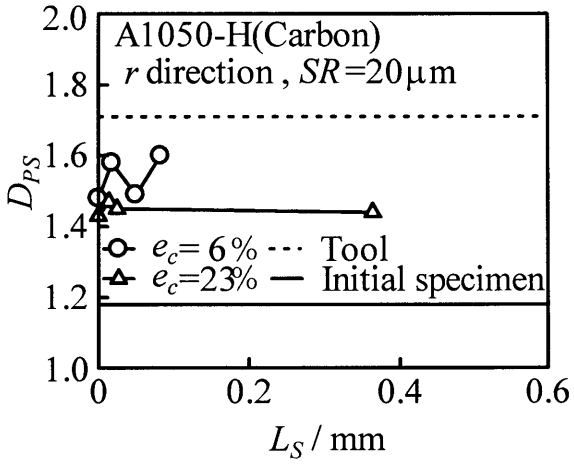


(b)半径方向

Fig. 5.32　D_{PS} と L_S の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，カーボン)

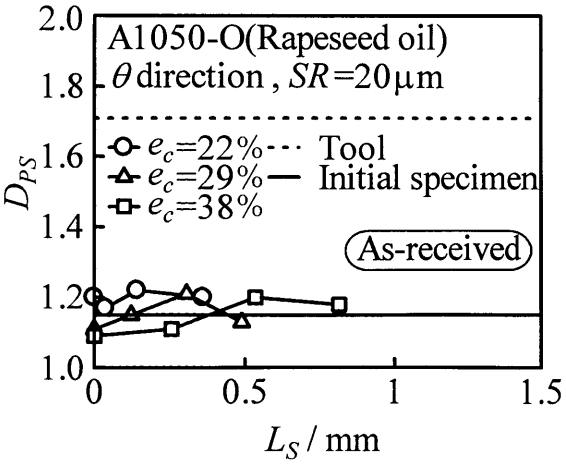


(a)円周方向

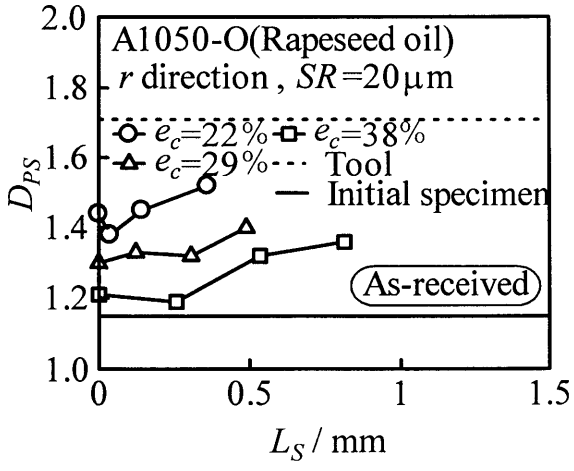


(b)半径方向

Fig. 5.33　D_{PS} と L_S の関係(アルミニウム引抜き材試験片，カーボン)



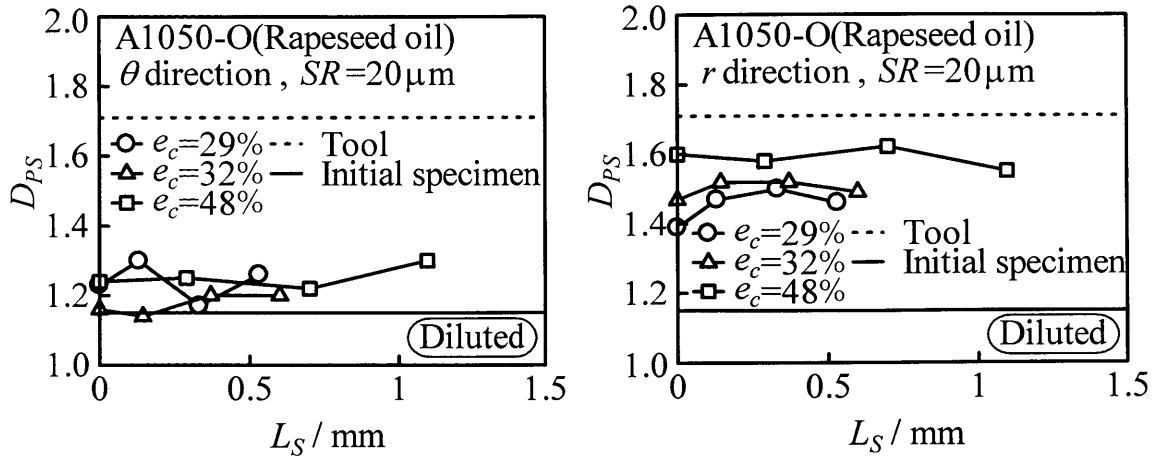
(a)円周方向



(b)半径方向

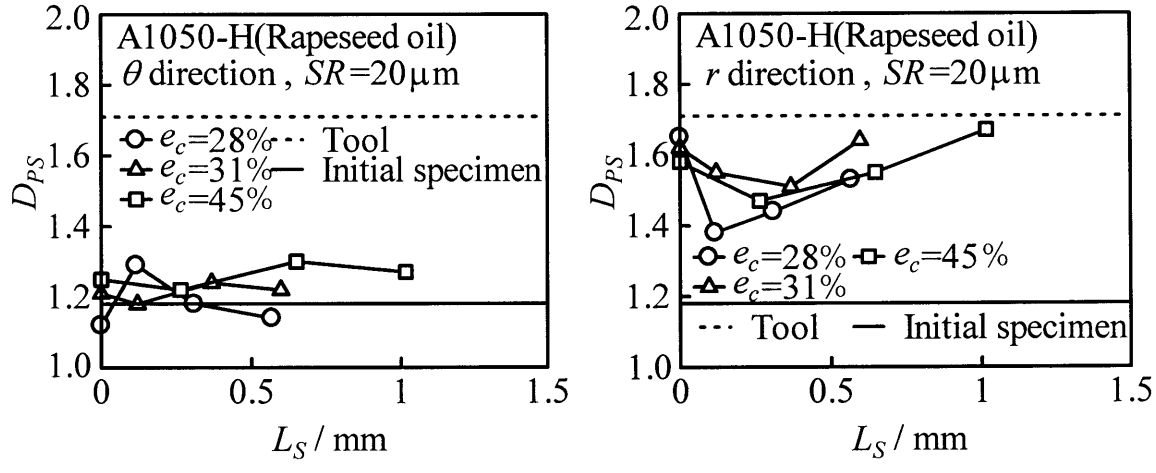
Fig. 5.34　D_{PS} と L_S の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈していない菜種油)

一重大学大学院　工学研究科



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.35　D_{PS} と L_S の関係(アルミニウム焼なまし材試験片，希釈した菜種油)



(a)円周方向　　(b)半径方向

Fig. 5.36　D_{PS} と L_S の関係(アルミニウム引抜き材試験片，菜種油)

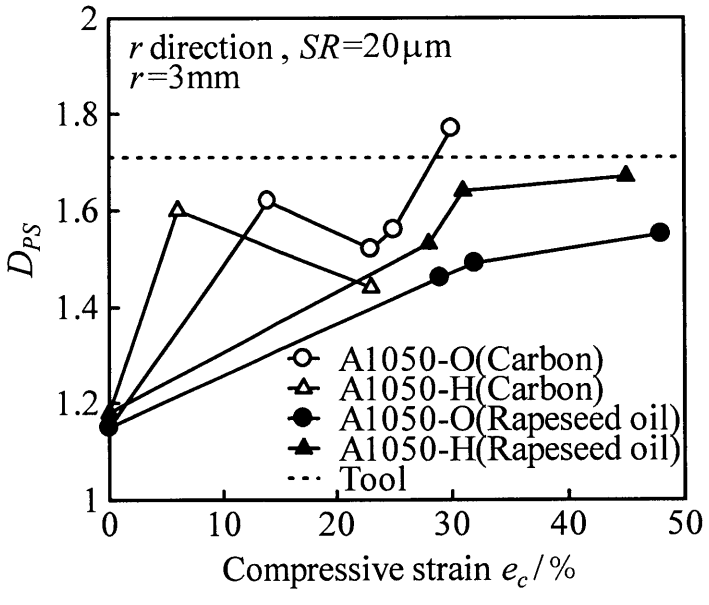


Fig. 5.37　D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(全条件での比較)

東京大学大学院　工学研究科

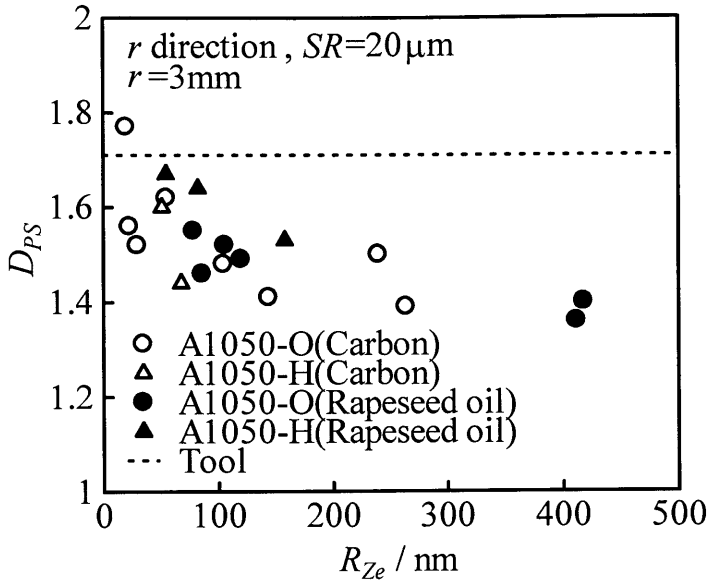


Fig. 5.38　D_{PS} と R_{Ze} の関係(全条件での比較)

5.6　本章のまとめ

フラクタル解析(零点集合法およびパワースペクトル法)によって，圧縮試験における試験片表面および工具表面細部の微視的な凹凸形状の評価を行った結果を以下に示す．

(1)　零点集合法およびパワースペクトル法において試験片表面および工具表面にべき乗則の関係が見られ，フラクタル性を持っていることが確認された．

(2)　試験片表面の零点集合次元 D_Z は，平滑化が進んでもほとんど変化が見られなかった．これは，試験片初期表面の D_Z と工具表面の D_Z の間にほとんど差がなかったことと，D_Z は面の平均的な次元を表していることの両方の影響によるものではないかと考えられる．平滑化による D_Z の変化をより詳しく調査するためには，試験片初期表面と工具表面の D_Z の間により大きな差が見られる条件での実験が必要である．

(3)　試験片表面のパワースペクトル次元は，平滑化が進むに従って工具表面のフラクタル次元に近づく傾向があることが分かった．

東京大学大学院　工学研究科

第6章　結論

本研究では，ナノレベルでの金属の塑性加工技術を開発することを目的とし，超平滑面創成挙動に及ぼす因子の一つである相対すべり量の違いによる平滑化への影響の調査を行った．実験では，最大高さ粗さ $R_Z \fallingdotseq 10$nm の超平滑な表面を持った工具を製作し，変形抵抗の異なるアルミニウム引抜き材試験片およびその焼なまし材試験片の圧縮試験を行った．圧縮試験の際，工具と試験片の間の金属接触を避けるために，工具表面にカーボン蒸着を施したものと工具表面に液体潤滑剤として菜種油を塗布したものを用い，両者が平滑化に及ぼす影響も調査した．

そして，各試験片において表面粗さ計による最大高さ粗さ R_Z の測定，AFM による試験片表面の観察，FEM 解析による変形シミュレーションを行い，試験片表面の超平滑面の創成挙動について明らかにした．また，試験片表面の凹凸形状を複雑さという観点から評価することで超平滑面の創成挙動を検討するために，零点集合次元 Dz，パワースペクトル次元 D_{PS} を測定することでナノフラクタル構造についても調べた．

以下に本研究によって得られた結果を示す．

(1) カーボン蒸着工具を用いた圧縮試験では，アルミニウム焼なまし材試験片の圧縮率30%以上やアルミニウム引抜き材試験片では工具表面のカーボン膜の剥離が大きく，これまで以上の平滑効果は得られなかった．カーボン蒸着工具では圧縮率 30%程度が限界であることが分かった．最も平滑化されたところで R_{Ze}(R_Z に相当する値)：19nm(走査範囲 20μm)であった．また，圧縮率 30%，平均面圧 500MPa 程度以上でカーボン膜の剥離が大きくなり，平滑化が進まなくなることが分かった．

(2) 希釈していない菜種油を塗布した工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験では，圧縮率 20%程度では平滑効果が得られたが，それ以上の圧縮率では逆に初期表面よりも表面が荒れてしまった．これは工具表面と試験片表面の間にオイルピットができたためと考えられる．

(3) 希釈した菜種油を塗布した工具を用いた圧縮試験では，圧縮率 30%以上でも平滑化が進んだが，カーボン蒸着工具を用いたときほどの平滑効果は得られなかった．最も平滑な場所で R_{Ze}：54nm(走査範囲 20μm)であった．カーボン蒸着工具を用いた場合と異なり，アルミニウム焼なまし材試験片とアルミニウム引抜き材試験片の平滑化に大きな違いは見られなかった． また，相対すべり量が大きいほど平滑化が進み，円周方向よりも半径方向の方がより材料流動による平滑効果が大きいことが分かった．

(4) 工具表面にカーボン蒸着を施した工具を用いたアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮試験の圧縮率 e_c=30%が最も平滑化が進んだ．最も平滑な場所で R_{Ze}：19nm(走査範囲 20μm)であった．また，潤滑状態が良ければ相対すべり量が大きくなるほど平滑化される傾向があることが分かった．

東京大学大学院　工学研究科

(5) フラクタル解析(零点集合法およびパワースペクトル法)によって圧縮試験における試験片表面および工具表面細部の微視的な凹凸形状を調べた結果，フラクタル性を有することが確認された．いずれの試験片においても半径方向のパワースペクトル次元は，平滑化が進むに従って工具表面のフラクタル次元に近づく傾向があることが分かった．

謝辞

本研究の遂行および論文作成にあたり，終始懇切なるご指導いただきました三重大学大学院工学研究科松井正仁准教授ならびに中村裕一准教授，また実験手順，工具および試料の作製などについて多くの貴重な御指導をいただきました村井健一技術専門員に深く感謝いたします．

さらに，実験および考察に際して，惜しみないご協力をいただいたナノプロセッシング研究室乳原雅和氏・高橋明宏氏ならびにナノプロセッシング研究室諸氏に深く感謝いたします．

参考文献

(1) 池浩:塑性加工の表面損傷と微細表面形状の加工に関する研究,塑性と加工,46巻,539号,(2005)1116-1120
(2) 大澤優樹,橋本真一郎,梶野智史,浅川基男:棒線における超平滑化引抜き加工の研究,日本機械学会第8回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集,(2000)171-172
(3) 王志剛,近藤一義,森敏彦:しごき加工における平滑表面形成の基本条件,日本機械学会論文集(C編),59巻,561号(1993-5)1560-1566
(4) 政誠一,松岡信一,矢後俊郎:アルミニウム合金押出形材の表面粗さに及ぼす硬質膜被覆ダイスの影響,軽金属,54巻,8号(2004),318-322
(5) 岩本竜一,近藤英二,皮籠石紀雄,市来浩一,吉留健也,:軟質金属の超精密加工技術に関する研究 ,鹿児島県工業技術センター,19(2005),55-60
(6) 服部清一:超精密鍛造品のナノ表面特性に関する研究,平成14年度 修士論文(三重大学大学院工学研究科),(2002)
(7) 大野哲平:金属の塑性加工による超平滑面の創成,平成16年度 修士論文(三重大学大学院工学研究科),(2004)
(8) 井川恵理:金属の圧縮加工における平滑化挙動,平成17年度 卒業論文(三重大学工学部),(2005)
(9) 戸田耕平:塑性加工による超平滑面の創成,平成18年度 修士論文(三重大学大学院工学研究科),(2006)
(10) 時沢貢,吉川和男:圧縮加工中における材料の加工面性状について - 試料の端面あらさと潤滑剤を変えた場合(第1報) - ,精密機械,36巻,第2号(1970),107-114
(11) 島津製作所:走査型プローブ顕微鏡SPM-9500シリーズ 本体取扱説明書,8-11
(12) B.B.Mondelbrot : The Fractal Geometry of Nature,(1982)4-5
(13) 高安秀樹:フラクタル,朝倉書店,(1986)1-18
(14) ハインツ・オットーパイトゲン,ディートマーザウペ(山口昌哉監訳):フラクタル・イメージ,シュプリンガー・フェアラーク東京,(1990)39-40
(15) 黒﨑靖,松井正仁:塑性加工表面問題へのフラクタル手法の適用,塑性と加工,40巻,462号(1999-7)635-639
(16) 中西章:等2軸引張りを受けるアルミニウム薄板自由表面プロフィルのフラクタル解析,平成7年度 修士論文(三重大学大学院工学研究科),(1996)8
(17) 上田康史:材料表面のナノフラクタル構造,平成13年度 修士論文(三重大学大学院工学研究科),(2002)72-73